

N° d'ordre : 368

THESES

PRÉSENTÉES A LA

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES APPLIQUEES

par

RENÉ BORRELLY

INGÉNIEUR INSA

Première Thèse

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE DES ACIERS "MARAGING" A 18 % DE NICKEL

Deuxième Thèse

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

Soutenues le 7 juillet 1965 devant la Commission d'examen

MM. R. BERNARD

Président

P. MICHEL

E. PERNOUX

P.-F. GOBIN

} *Examineurs*

LYON

1965

CONTRIBUTION A L'ETUDE
AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE
DES ACIERS « MARAGING » A 18 % DE NICKEL

N° d'ordre : 368

THESES

PRÉSENTÉES A LA

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES APPLIQUEES

par

RENÉ BORRELLY

INGÉNIEUR INSA

Première Thèse

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE DES ACIERS "MARAGING" A 18 % DE NICKEL

Deuxième Thèse

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

Soutenues le 7 juillet 1965 devant la Commission d'examen

MM. R. BERNARD

Président

P. MICHEL

E. PERNOUX

P.-F. GOBIN

} *Examineurs*

LYON

—
1965



FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE LYON

Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, MOUSSA, GAUTHIER Henri.

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, de LARAMBEGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD.
EYRAUD Henri, DEJARDIN, VIRET.

Doyen

M. BRACONNIER.

Assesseurs

M. MESNARD.

M. BOIDIN.

Professeurs

MM.
LONGCHAMBON, *Minéralogie*.
PRETTRE, *Chimie industrielle*.
COURTY, *Chimie-Physique*.
KUHNER, *Botanique*.
MALECOT, *Mécanique rationnelle et appliquée*.
PARIS, *Chimie minérale*.
AUMERAS, *Chimie générale II*.
COLONGE, *Chimie organique*.
JANIN, *Physique générale*.
FLANDRIN, *Géologie appliquée*.
BERNARD, *Physique industrielle*.
DUFAY Jean, *Astronomie*.
NIGON, *Zoologie expérimentale*.
GAUTHIER Henri, *Géologie générale*.
WAUTIER, *Zoologie*.
CHOPIN, *Chimie biologique*.
CUEILLERON, *Chimie*.
BRACONNIER, *Calcul différentiel et intégral*.
EYRAUD Charles, *Chimie-Physique appliquée*.

SARAZIN, *Physique nucléaire*.
BOIDIN, *Microbiologie et Mycologie*.
PERES, *Physiologie*.
MESNARD, *Electronique*.
GRANDMONTAGNE, *Physique*.
BOUTILLIER, *Minéralogie*.
LAFOUCRIERE, *Physique nucléaire théorique*.
DREUX, *Chimie organique*.
TEICHNER, *Chimie industrielle*.
PAVANS DE CECCATTY, *Zoologie*.
MERLIN, *Chimie analytique*.
DUFAY Maurice, *Physique de l'Atmosphère*.
PHILBERT, *Physique nucléaire*.
COHEN-ADAD, *Chimie*.
DAVID Louis, *Géologie générale*.
CHANEL, *Psychophysiologie*.
MAURY, *Méthodes Mathématiques de la Physique*.
DEPRAZ, *Physique nucléaire*.
GAUTHIER Jean, *Chimie*.
GAUME, *Physique expérimentale*.

Professeurs sans chaire

MM.
FERON, *Mathématiques*.
LAFORGUE, *Physique*.
LEGAY, *Zoologie expérimentale S.P.C.N.*

UZAN, *Physique S.P.C.N.*
CHENEVOY, *Géologie appliquée*.
GINET, *Zoologie*.
ASCH, *Physique*.

MICHEL Pierre, *Minéralogie*.
DUCET, *Biologie végétale*.
Mlle MAITROT, *Physique*.
GEVIN, *Géologie générale*.
PONASSE, *Mathématiques*.
D'INCAN, *Physique*.
LEFEBVRE, *Mathématiques*.
PERNET, *Mathématiques*.

CHERY, *Physique*.
BERGEON, *Physique C.S.U.*
Mlle GAUTHERON, *Chimie biologique*.
DESCOTES, *Chimie organique*.
ERBEIA, *Physique*.
Mme ERICSON, *Physique générale*.
LEMOIGNE, *Botanique*.

Maitres de Conférences

MM.
MARTEL, *Mécanique*.
MATHIEU, *Mécanique des Fluides*.
PICARD Philippe, *Mathématiques*.
DEMARCO, *Géologie générale*.
MICHEL Georges, *Biochimie*.
LEBRETON, *Biologie végétale*.
DAVID Jean, *Biologie animale*.
TOUSSET, *Chimie propédeutique*.

FELIVRAIS, *Physique Electricité*.
PICARD Claude, *Mathématiques*.
SCHMITT, *Physique M.P.C.*
LAURENT, *Chimie organique*.
ROT, *Mathématiques*.
BETHOUX, *Mathématiques T.M.P.*
Mlle CALAIS, *Mathématiques C.S.U.*
GUSAKOW, *Physique*.
Mlle THOMAS, *Chimie minérale*.

Maître de Conférences adjoint

M. PIERRON, *Chimie*.

Conseiller Administratif

M. BURNET.

Secrétaire Principal Honoraire

M. Roux.

Ce travail a été réalisé dans le département de physique de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Que Monsieur le Professeur Bernard, Directeur de ce département, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury, trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je remercie également Monsieur le Professeur Michel, qui a bien voulu examiner mon travail et faire partie du jury.

Je tiens aussi à remercier vivement Monsieur Gobin, qui, le premier, m'enseigna la physique du métal, et qui m'a toujours encouragé dans cette étude.

C'est Monsieur le Professeur Pernoux qui a dirigé et suivi de très près et avec beaucoup d'intérêt mon travail. Je suis particulièrement heureux de lui exprimer ici ma très grande reconnaissance, non seulement pour les conseils qu'il m'a toujours prodigués, mais aussi pour l'atmosphère très sympathique qu'il a su créer autour de lui.

J'ai conduit ce travail en parallèle avec celui de Monsieur Robin qui a étudié les propriétés mécaniques et physiques des aciers « maraging » à 18 % de nickel. Je veux dire ici combien cette amicale collaboration m'a été précieuse et agréable, et le remercier ainsi que tous mes camarades de laboratoire.

Je tiens à souligner l'aide précieuse et indispensable de la « Société d'Electrochimie, d'Electrometallurgie et des Acieries d'Ugine », qui nous a fourni gracieusement les alliages étudiés ici : qu'il me soit permis en particulier, de remercier Monsieur Castro, directeur des Etudes et Recherches et Monsieur Tricot, Ingénieur de recherche.

I. — INTRODUCTION

En 1958, Bieber, étudiant des alliages à propriétés magnétiques particulières, s'aperçut qu'on pouvait obtenir un durcissement structural dans un acier à 20 % de nickel, contenant du titane, de l'aluminium et un très faible pourcentage de carbone. Ce type d'alliage, qui durcit par revenu à partir d'une structure martensitique, s'avéra très intéressant à cause de sa haute résistance mécanique. L'International Nickel Company le développa sous le nom d'acier « maraging » (mar : martensite ; ageing : vieillissement). Un grand nombre de ces aciers sont actuellement utilisés, surtout dans l'industrie aéronautique : citons les alliages à 20 % et 25 % de nickel durcis par le titane et l'aluminium ; l'alliage à 18 % de nickel durci par le molybdène et le titane avec addition de cobalt ; d'autres contenant du chrome ou du cobalt répondent, outre leur limite élastique élevée, à des besoins précis, comme la tenue à chaud et la résistance à la corrosion. Le développement de ces aciers conduira certainement à un grand nombre de nouvelles nuances ; on peut penser que leur utilisation jusqu'alors assez limitée, se généralisera à cause de leur facilité de mise en œuvre et de leurs intéressantes propriétés, malgré leur prix de revient assez élevé.

Parallèlement à l'élaboration industrielle, de nombreux chercheurs ont essayé de préciser le mécanisme du durcissement. Dans ce domaine, la microscopie électronique est un excellent moyen d'investigation : des précipités très fins et denses, se formant au cours du revenu, ont été observés surtout par la méthode de réplique par extraction ; mais peu de résultats des observations faites sur les lames minces, surtout par microdiffraction des électrons, ont été publiés jusqu'à maintenant. En fait, la précipitation de phases inter-métalliques dans une matrice martensitique, semble constituer un nouveau et très vaste domaine d'étude.

Nous nous sommes intéressés à l'acier « maraging » commercial à 18 % de nickel. Par la suite nous avons observé d'autres alliages de composition différente.

Le but de notre travail était de préciser l'influence de la structure initiale sur la précipitation, la morphologie et la structure des précipités en fonction des conditions de revenu, et l'effet d'un survieillissement.

II. — COMPOSITION DES ALLIAGES ETUDIES ET DESCRIPTION DES TECHNIQUES DE PREPARATION ET D'OBSERVATION

A. — ALLIAGES ÉTUDIÉS

L'acier « maraging » commercial étudié a la composition suivante :
(nuance N K P 1 des Aciéries d'Ugine).

Ni 18 %	C 0,012 %	Si 0,1 %
Co 7,75 %	S 0,012 %	Mn 0,1 %
Mo 5,15 %	P 0,01 %	Cr 0,09 %
Ti 0,41 %	N 0,005 %	

Par la suite nous avons étudié d'autres alliages non commerciaux dont la composition est donnée par le tableau suivant :

N°	Ni %	Co %	Mo %	Ti %	C %	Autres
1	18,5	0,179	0,02	< 0,05	0,001	Cr, Mn,...
2	18,4	9,82	0,295	< 0,05	0,001	0,87 Cr, Mn, Si,...
3	18,6	0,160	4,93	< 0,05	0,001	Cr, Mn,...
4	18,3	0,159	4,96	0,5	0,001	Mn, Cr, Si,...
5	17,9	8,54	4,92	< 0,05	0,002	Mn, Cr, Si,...
6	18,4	9,18	0,036	0,560	0,0015	Cr, Mn, Si,...

Ces alliages ont été coulés sous vide, dans un four à haute fréquence, forgés, puis laminés à chaud jusqu'à 3 mm d'épaisseur. Après un maintien de 30 minutes à 820° suivi d'une trempe à l'air, ils ont été laminés à froid jusqu'à 1,5 mm d'épaisseur ; ensuite une deuxième trempe à l'air identique à la première a été effectuée.

B. — TRAITEMENTS THERMIQUES

Beaucoup d'auteurs ont étudié et publié des courbes de variation des propriétés mécaniques et physiques des aciers « maraging » en fonction des conditions de traitement thermique. C'est à partir de celles-ci, que nous avons pu choisir les traitements qui ont été réalisés sur les échantillons observés.

Nous avons effectué la trempe à des températures voisines de 820° C, dans un four à moufle, sans atmosphère protectrice : l'oxydation qui se produit, n'est que très superficielle et ne nous gêne pas par la suite. Pour le revenu, nous avons utilisé un four à bain de sels neutres, dont la température était réglée à 5° près.

C. — PRÉPARATION DES OBJETS POUR L'OBSERVATION AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE

Nous avons utilisé les méthodes classiques de préparation des objets ; toutefois nous allons en préciser les particularités.

a) *Répliques avec extraction des précipités :*

Au début de cette étude, de nombreuses répliques au carbone avec extraction ont été réalisées, en opérant suivant la méthode classique : polissage, première attaque anodique, vaporisation de carbone, deuxième attaque et décollement (6) (8). Nous avons essayé plusieurs types d'électrolytes et différentes conditions d'attaque chimique ou anodique : sur l'acier ayant subi un revenu, une coloration apparaît en surface, qui n'apparaît pas pour l'acier non revenu : les répliques observées au microscope électronique montrent effectivement la présence de particules très fines ; quelques anneaux très peu distincts apparaissent en microdiffraction. Certains auteurs (12), (39), (43) ont essayé de rapprocher les distances interréticulaires qui peuvent être ainsi déterminées, de celles de Ni_3Mo et Ni_3Ti , mais n'ont pu montrer de façon certaine qu'ils étaient en présence de ces composés. Ces répliques peuvent aussi être examinées à la microsonde (39) (43), ce qui donne une composition très approximative des particules extraites.

L'étude ultérieure que nous avons faite sur lames minces a montré d'une part, que les précipités ont des dimensions trop faibles (de l'ordre de 50 Å) pour être facilement extraits et d'autre part, que des relations d'orientation existent entre précipités et matrice. Banerjee (12) s'est aperçu que la composition et l'aspect des particules extraites pouvaient être influencés par la méthode d'extraction.

Tout ceci nous a conduit à abandonner la méthode des répliques avec extraction, au profit de l'amincissement électrolytique.

b) Amincissement électrolytique :

Pour une telle étude, nécessitant l'observation d'un grand nombre d'échantillons différents, il est nécessaire d'utiliser une méthode d'amincissement assez rapide. Nous opérons de la façon suivante :

Les alliages dont nous disposons sont sous forme de tôles de 1,5 ou 2 mm d'épaisseur. Par usinage à la fraiseuse, puis par polissage sur papier abrasif, ils sont amenés à une épaisseur de l'ordre de 0,2 mm. Les traitements thermiques sont alors effectués. Un deuxième polissage sur papier abrasif donne des lames de moins de 0,1 mm d'épaisseur.

L'amincissement se poursuit par un polissage électrolytique avec un bain à forte densité de courant, dont la composition est la suivante :

- acide acétique : 750 cm³
- glycérine : 50 cm³
- acide perchlorique : 75 cm³

La différence de potentiel appliquée entre les électrodes est d'environ 40 V, l'intensité de 0,5 A par cm².

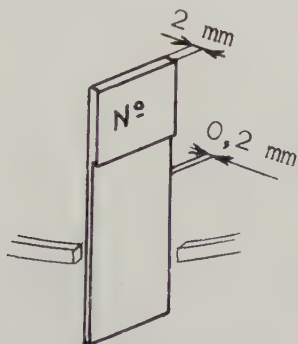


Figure 1a

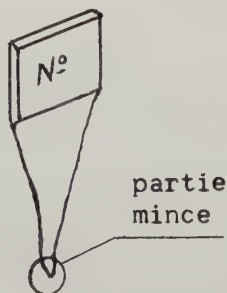


Figure 1b

Le schéma 1a montre la disposition des électrodes et la forme de l'échantillon avant polissage électrolytique. Lorsqu'avec ce premier bain l'épaisseur devient assez faible (de l'ordre de quelques centièmes de mm) un deuxième bain de polissage à faible densité de courant est utilisé. Sa composition est :

- acide acétique : 540 cm³
- anhydride chromique : 100 g
- eau distillée : 30 cm³

La différence de potentiel appliquée est de 25 V, et le débit est d'environ 0,05 A par cm².

Ce bain a peu tendance à oxyder le métal ; il est refroidi par un serpentin à circulation d'eau et maintenu homogène par un agitateur magnétique. On arrive en quelques minutes à une lamelle dont la forme est indiquée par le schéma 1b. Après rinçage et séchage, l'extrémité est découpée : elle comporte des zones assez transparentes aux électrons. Quelques secondes de polissage sur la partie restante donnent une deuxième lame mince...

D. — CONDITIONS D'OBSERVATION

Nous utilisons un microscope électronique O.P.L. opérant avec une tension d'accélération de 100 KV et équipé d'un porte-objet goniométrique. Quelques particularités dans les observations de ces alliages sont à signaler :

1°) Les échantillons sont magnétiques et, placés dans les pièces polaires de l'objectif, ils perturbent le faisceau d'électrons, ce qui nuit à la qualité des images. On y remédie simplement en réduisant le plus possible la dimension de la lame mince, qui est alors fixée entre deux grilles porte-objet.

2°) Pour la microdiffraction, il est nécessaire d'utiliser des diaphragmes de sélection de $10\text{ }\mu$, ce qui correspond à une zone de l'objet d'environ $0,25\text{ }\mu$ de diamètre ; l'utilisation du double condenseur s'avère alors intéressante. Avec un diaphragme plus grand on n'obtient pas un diagramme de monocristal.

3°) La contamination et les transformations dues à un faisceau trop intense, sur les parties les plus minces de l'objet, nuisent beaucoup à la qualité des images et des diagrammes ; en limitant l'éclairement et la durée d'exposition aux électrons des zones qui sont observées ou photographiées, on remédie suffisamment à ces inconvénients.

E. — UTILISATION D'UN MICRO-FOUR SUR UN MICROSCOPE OPTIQUE.

La microscopie optique à chaud se prête très bien à l'étude des transformations martensitiques (5) : en effet, les glissements qui se produisent font apparaître en surface un relief caractéristique.

La platine chauffante utilisée (Leitz) permet, grâce à sa faible inertie thermique, l'étude des conditions de trempe. Les échantillons de 5 à 6 mm de côté et environ 0,5 mm d'épaisseur sont au départ polis électrolytiquement. Pour éviter toute oxydation, nous opérons sous atmosphère réductrice d'hydrogène.

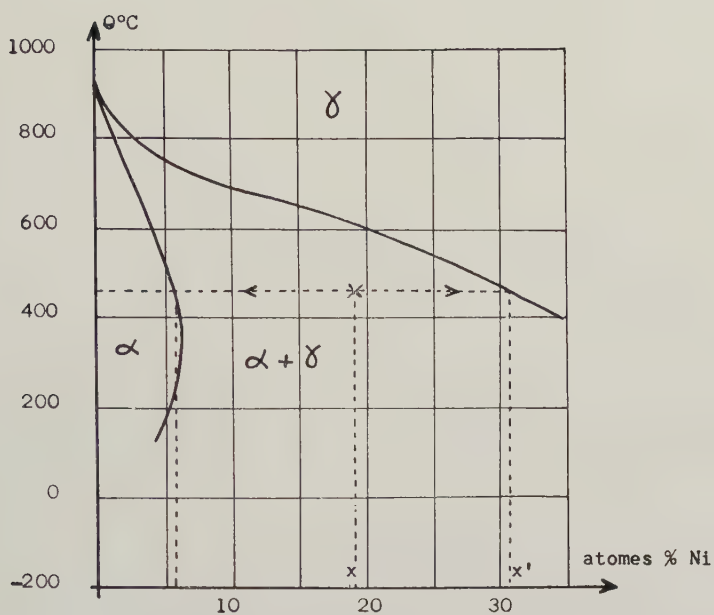


Figure 2a : Diagramme d'équilibre.

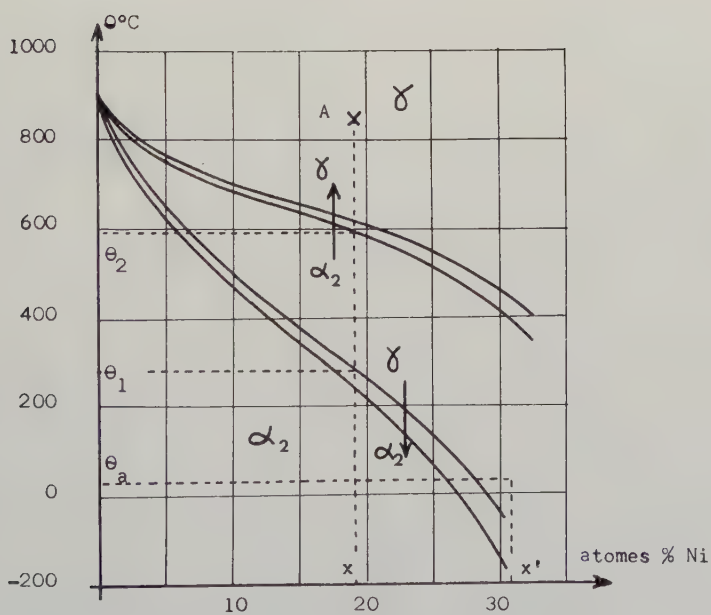


Figure 2b : Diagramme métastable.

III. — ETUDE DES CONDITIONS DE TREMPÉ ET DE LA MARTENSITE AVANT REVENU

Les aciers « maraging » sont constitués par un alliage fer-nickel, donnant lieu à une transformation martensitique par trempe, auquel on a ajouté d'autres éléments pour avoir un durcissement structural par revenu.

Le durcissement structural et les propriétés des aciers « maraging » sont liés à l'état de la martensite initiale. Pour obtenir les meilleures caractéristiques, le choix des conditions de trempe est très important. Dans ce paragraphe nous allons essayer de suivre le processus des transformations qui se produisent lors de la trempe, et de décrire la structure de la martensite obtenue.

A. — TRANSFORMATIONS DANS LES ALLIAGES BINAIRES FER-NICKEL.

La figure 2a représente le diagramme d'équilibre Fe-Ni (3). La figure 2b le diagramme métastable (31). Lorsqu'on fait une trempe en partant de l'état austénitique (point A ; fig. 2b) il se produit à partir de θ_1 une transformation martensitique. La martensite α_2 qui se forme est cubique centrée : c'est une phase métastable. Au chauffage, la transformation inverse $\alpha_2 \rightarrow \gamma$ se produit à partir de θ_2 qui est bien supérieure à θ_1 : l'étude du processus de ces transformations a fait l'objet de plusieurs publications assez récentes (11), (14), (30), (31), (33), (44), (54). En général les alliages à 30 % de Ni se prêtent mieux à l'étude, car la martensite se forme à la température ambiante.

Le diagramme d'équilibre (figure 2a) montre que si on fait un revenu dans la zone $\alpha + \gamma$ à partir de l'état α_2 , la réaction : $\alpha_2 \rightarrow \alpha + \gamma$ aura tendance à se produire : l'austénite qui se forme par diffusion est plus riche en nickel ; donc dans certains cas elle pourra être stable à la température ambiante.

L'acier « maraging » à 18 % de nickel, se comporte de façon à peu près analogue à un alliage binaire fer-nickel malgré la présence des éléments Co, Mo, et Ti. La transformation martensitique $\gamma \rightarrow \alpha_2$ a lieu entre 200° et 100° C environ ; la transformation inverse se produit

aux environs de 700° C. Les éléments Co, Mo et Ti restent en solution solide de substitution dans l'austénite d'équilibre ; ils sont en solution sursaturée dans la martensite métastable α_2 : le revenu consiste en un maintien à une température et pendant une durée telles, que les éléments durcissants puissent précipiter, mais que la transformation $\alpha_2 \rightarrow \alpha + \gamma$ n'ait pas le temps de se produire car elle est défavorable au durcissement.

B. — OBSERVATION DE LA MARTENSITE AVANT REVENU.

1°) Observation au microscope optique.

L'aspect observé dépend essentiellement des conditions de trempe surtout en ce qui concerne la finesse de la structure. En général, la martensite apparaît toujours sous forme de plaquettes orientées et plus ou moins fines. Cet aspect caractéristique est à l'origine de la dénomination de « figures de Widmanstätten » (1).

La figure 1 de la planche I représente une micrographie optique réalisée sur un échantillon qui a subi une trempe à l'air, après maintien de 2 h à 1150° C dans le but d'avoir d'assez gros grains. La structure a été révélée par une attaque anodique, qui fait ressortir certaines plaquettes de martensite, par rapport aux autres, orientées différemment. L'électrolyte était constitué par une solution à 10 % d'acide chlorhydrique dans l'alcool éthylique ; la tension appliquée entre électrodes était de l'ordre de 7 V.

2°) Observation au microscope électronique.

a) Répliques avec extraction.

Notre étude préliminaire par répliques montrait la présence de quelques particules sphériques très dispersées, après une trempe à 820° C. Leur structure déterminée à partir des diagrammes de microdiffraction était cubique centrée avec un paramètre a , de l'ordre de 4,30 Å. On peut penser qu'il s'agit soit d'un carbure de titane Ti C ($a = 4,32$ Å) soit d'un carbo-nitrure Ti (C, N) ($a = 4,24$ Å) (7). La précision dans la détermination des paramètres qui est de l'ordre de 2 %, ne permet pas de faire la distinction entre les deux structures.

b) Lames minces.

L'observation par transmission des lames minces, montre des sous grains en forme de plaquettes irrégulières, d'une fraction de micron d'épaisseur, dont le plan de base est voisin d'un plan (110) (photo n° 2, pl. I). Ceux-ci peuvent présenter entre eux des différences

d'orientation atteignant 4 à 5°. Dans chaque micro-grain, il y a une très forte densité de dislocations (page n° 3, pl. I) : une mesure très approximative par la méthode de Ham, donne une densité de l'ordre de $5.10^{10}/\text{cm}^2$.

La martensite obtenue dans un alliage binaire de fer à 18 % de nickel a un aspect semblable à celui que nous venons de décrire pour l'allier « maraging » (figure n° 4, pl. I) : il en est de même pour les autres alliages observés dans ce travail.

L'obtention en microdiffraction d'une coupe précise du réseau réciproque nécessite l'emploi de très petits diaphragmes de sélection.

Le paramètre de la structure cubique centrée de la martensite est $a = 2,87 \text{ \AA}$. Contrairement aux cas de nombreuses martensites, celle qui est obtenue ici n'est pas formée par une multitude de micro-maclets ; toutefois, accidentellement, des zones très isolées présentent l'aspect caractéristique d'un micro-maclet étudié en particulier dans un alliage de fer à 30 % de nickel par K. Shimizu (46).

C. — OBSERVATIONS PAR MICROSCOPIE A CHAUD.

Nous avons préalablement effectué sur une tôle laminée à froid un traitement de 2 à 4 h à 1150 °C suivi d'une trempe à l'air ; la grosseur de grain ainsi obtenue est de l'ordre de 0,1 mm, ce qui facilite les observations avec un faible grossissement. La surface observée est au départ polie électrolytiquement.

Notre but était de reproduire différentes conditions de trempe, les principales variables étant la température de maintien θ' et le temps de maintien t' (figure n° 3).

La montée en température et le refroidissement durent chacun environ 3 minutes.

On observe à chaud le relief dû à la transformation $a_2 \rightarrow \gamma$ et après refroidissement le relief dû à la transformation $\gamma \rightarrow a_2$.

Cette méthode paraît très intéressante ; mais il faut tenir compte de plusieurs facteurs pouvant fausser les résultats ; citons :

- les effets de surface qui sont très différents des phénomènes qui se produisent au cœur du métal.
- l'influence des vitesses de mise en température difficiles à contrôler.

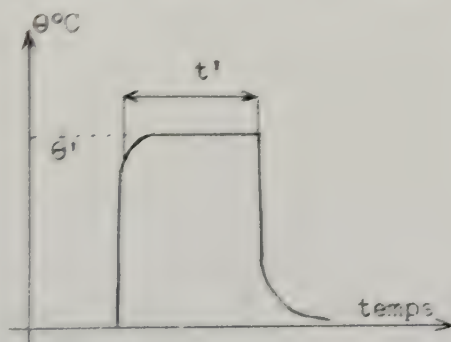


Figure 3

- les erreurs importantes sur la mesure de la température.
- l'influence de l'atmosphère d'hydrogène indispensable pour éviter toute oxydation.

La planche II montre le résultat de deux essais très caractéristiques :

1^{er} essai : $\theta' = 800^{\circ} \text{C}$ $t' = 7$ minutes.

Nous avons chauffé l'échantillon le plus rapidement possible jusqu'à 800°C . Un relief très net est apparu (cliché n° 1, pl. II). On remarque en A des stries à 60° les unes des autres, formées dans un même grain. Pour un chauffage moins rapide, le relief est moins accentué. Après un maintien de 7 mn on refroidit assez rapidement l'échantillon en coupant l'alimentation du four ; vers 200°C un deuxième relief apparaît et se propage très vite sur toute la surface ; dans ce cas les stries qui se forment sont parallèles ou même superposées à celles formées au chauffage (cliché n° 2, pl. II).

2^e essai : $\theta' = 900^{\circ} \text{C}$ $t' = 1$ heure.

La micrographie n° 3 (pl. III) représente l'aspect observé vers la fin du palier de maintien : en B on voit encore le relief dû à la transformation $\alpha_2 \rightarrow \gamma$; une attaque thermique aux joints de grains (5) s'est produite, qui montre qu'il y a eu recristallisation. Après le refroidissement (cliché n° 4, pl. II) on remarque que le relief dû à la transformation martensitique est délimité par les joints des nouveaux grains ; les stries formées ne sont plus orientées comme celles dues au chauffage.

Remarque :

Le relief formé à la surface des échantillons dans la platine chauffante, peut être observé au microscope électronique avec beaucoup de détails, par la méthode des répliques de surface. Quelques observations préliminaires ont montré que le profil de chaque strie est assez régulier (figure 4).

Si un microrelief existe c'est certainement à l'échelle de quelques couches atomiques. Une étude détaillée par cette méthode sur un alliage Fe-Ni serait certainement fructueuse.

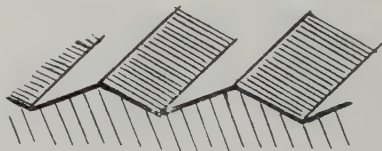


Figure 4

D. — INTERPRÉTATION DES OBSERVATIONS.

Le traitement thermique de trempe des aciers « maraging » consiste : en un chauffage plus ou moins rapide au cours duquel se produit la transformation de la martensite en austénite, en un maintien isotherme

où la structure de l'austénite peut évoluer et en un refroidissement pendant lequel la transformation martensitique se produit.

1°) *Le chauffage.*

Les observations à chaud au microscope optique montrent que pour un chauffage rapide la transformation $\alpha_2 \rightarrow \gamma$ est du type martensitique puisqu'elle s'accompagne de glissements importants, donnant un relief en surface. Toutefois à 700° C, la diffusion peut être importante pendant la transformation, dont le mécanisme dépendra de la vitesse de chauffage.

Ceci est en accord avec les résultats de Krauss et Cohen (35) : dans un alliage à 33 % de nickel ils ont montré qu'une transformation martensitique « inverse » se produit vers 400° C ; elle engendre une austénite avec beaucoup d'imperfections de structure, qui recristallise par revenu de quelques heures à 600° C.

2°) *Le maintien en température.*

Au cours du maintien isotherme, si θ' et t' sont suffisants, il pourra y avoir recristallisation : on peut penser qu'au cours du premier essai par microscopie à chaud, la recristallisation n'a pas eu lieu, alors qu'elle est très nette dans le deuxième essai.

Signalons aussi que vers 800° C, il peut se former, avec le peu de carbone et d'azote en présence, des carbures ou des carbonitrides de titane observés dans la martensite.

3°) *Le refroidissement.*

La formation de la martensite dans des alliages fer-nickel a fait l'objet de nombreuses études : elle se produirait par germination et croissance suivant un processus de « réaction en chaîne » (10) (30) (36).

Les germes pourraient se former à partir des défauts de l'austénite (mâcles, fautes d'empilement...) ; la croissance nécessiterait une succession de glissements qui tendraient à compenser les importantes déformations dues au passage d'un réseau cubique à faces centrées à un réseau cubique centré.

Dans un alliage de fer à 30 % de nickel les relations d'orientation entre l'austénite et la martensite sont (10) :

$$\begin{array}{ccc} (111) \gamma & // & (011) \alpha \\ [\bar{1}\bar{1}2] \gamma & // & [01\bar{1}] \alpha \end{array} \quad (1)$$

(voir figure 5a)

Dans le cas de l'acier « maraging » la détermination expérimentale de ces relations serait beaucoup plus difficile car elle devrait être faite

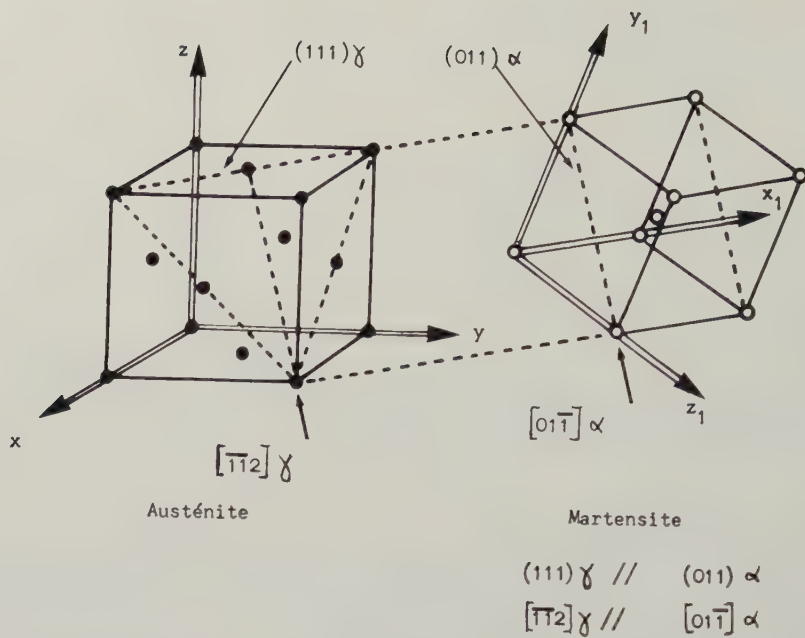


Fig. 5a. — Représentation schématique des relations d'orientation entre l'austénite et la martensite

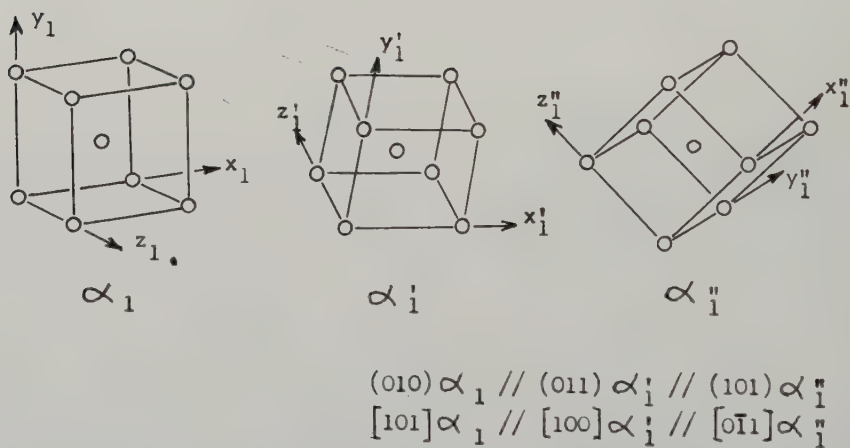


Fig. 5b. — Positions relatives possibles du réseau de la martensite.

à chaud. Toutefois on peut penser qu'elles sont peu différentes de celles déjà citées (1).

A partir d'un grain d'austénite, des plaquettes de martensite ayant plusieurs orientations répondant toutes aux relations (1), peuvent se former (il y a 3 possibilités ici : voir figures 5b) ; c'est ce qui est observé dans les micrographies optiques de l'état martensitique, où les différences d'attaque anodique sont dues à des différences d'orientation (cliché n° 1, pl. I). Les positions relatives de chaque famille de plaquettes issues d'un même grain d'austénite sont aussi reliées entre elles (figure 5b).

Les importantes contraintes internes pendant la transformation peuvent expliquer la grande densité de dislocations que montrent les micrographies électroniques. L'origine des sous-grains pourrait être attribuée à la jonction entre deux grains de martensite formés à partir de germes différents, ou comme dans le fer pur écroui (32) par un regroupement des dislocations en cellules.

4°) *Propriétés de la martensite après trempe.*

L'état de la martensite après trempe a été comparé à celui du fer pur très fortement écroui ; mais les propriétés de celle-ci sont assez particulières et intéressantes : la résistance à la rupture est de l'ordre de 100 kg/mm², la dureté n'est pas très élevée (de l'ordre de 30 Rockwell C) et surtout la ductilité est importante. Ceci suppose que les dislocations, malgré leur grande densité, sont assez mobiles ; leur observation au microscope électronique montre un arrangement caractéristique : elles ne forment pas de réseaux réguliers et ne semblent pas avoir d'orientation préférentielle ; leur enchevêtrement interdit une étude précise de leur position dans le réseau.

Des conditions différentes de trempe peuvent faire varier la grosseur des grains d'austénite à chaud, la finesse des plaquettes de martensite et sans doute aussi la densité moyenne des dislocations ; la trempe recherchée aura pour but de donner la martensite la plus fine possible, plus favorable au durcissement structural. Un maintien assez court (3 minutes par mm d'épaisseur) à 820° C semble le mieux convenir (47) ; il faut que la pièce ait le temps de s'homogénéiser en température et de se transformer complètement en austénite ; il est possible que, dans ces conditions, la recristallisation de l'austénite ne soit pas complète.

Le rôle du carbone dont on cherche à réduire le plus possible le pourcentage est à signaler : nous avons vu qu'il participait à la formation de quelques carbures de titane au cours de la trempe : en insertion dans la martensite, il rendrait sa structure légèrement tétragonale même s'il était en très petite quantité (53).

IV. — ETUDE DE LA PRECIPITATION AU COURS DU REVENU

Nous allons rappeler dans ce paragraphe l'influence du revenu sur les propriétés des aciers « maraging ». Ensuite nous décrirons les microstructures formées, en fonction des conditions de revenu, d'abord pour l'acier « maraging », puis pour des alliages de composition différente.

A. — PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES ACIERS A 18 % DE NICKEL DU TYPE « MARAGING », INFLUENCE DES ÉLÉMENTS DURCISSANTS.

1°) *Cinétique du revenu.*

Si on porte sur un graphique la dureté en fonction de la durée du revenu (figure N° 6) on constate que :

- pour une température donnée la dureté croît très vite pendant les premiers instants du revenu ; puis augmente plus progressivement jusqu'à un maximum ;
- le maximum de dureté correspond à des temps de maintien isotherme d'autant plus courts que la température est plus élevée ;
- la valeur du maximum de dureté est plus élevée pour les températures les plus basses.

La meilleure résistance à la rupture correspond à peu près au maximum de dureté ; elle atteint 200 kg mm² pour l'acier commercial. Il faut signaler aussi la très bonne résistance aux très basses températures.

2°) *Influence des éléments durcissants :*

Pour en arriver à la composition de l'acier commercial, de nombreux essais ont dû être réalisés sur des alliages dans lesquels la proportion des éléments durcissants variait. La figure N° 7 montre l'influence de

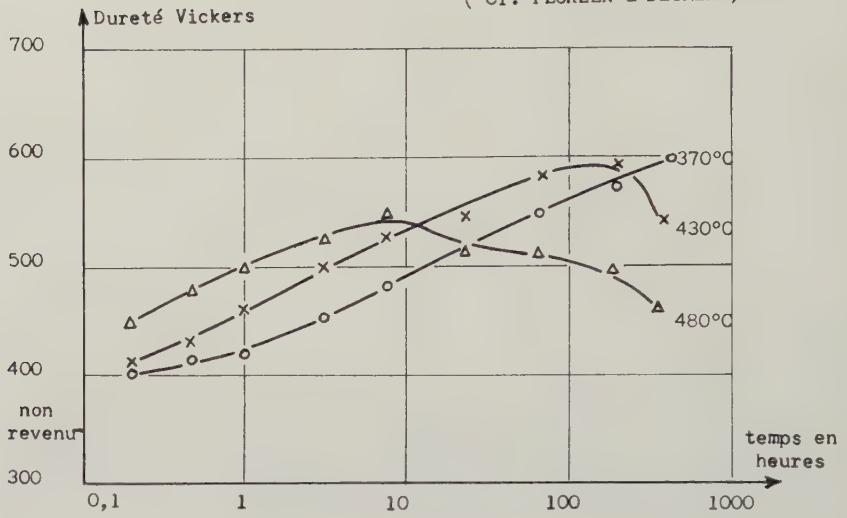


Figure 6. — Effet du revenu sur la dureté d'un acier « maraging » à 18 % de nickel, initialement trempé à 820° C.

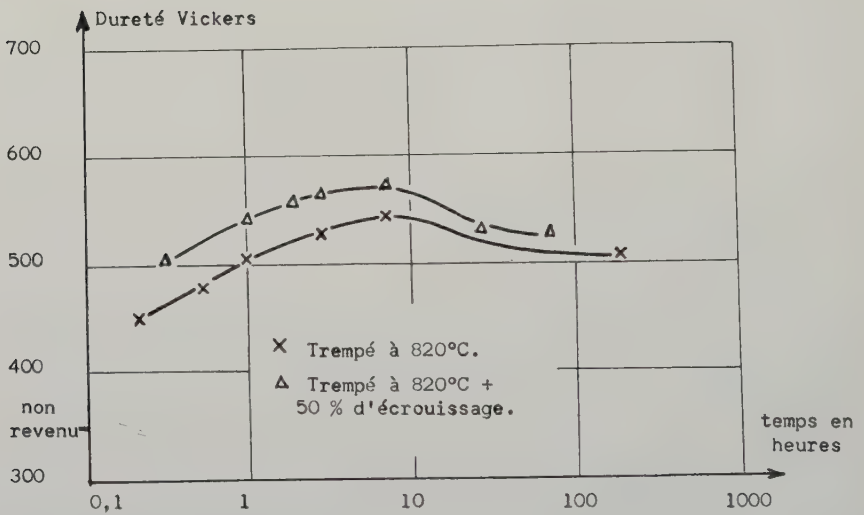


Figure 8. — Influence de l'écaissage sur le durcissement après revenu à 480° C.

(Cf. FLOREEN & DECKER) :

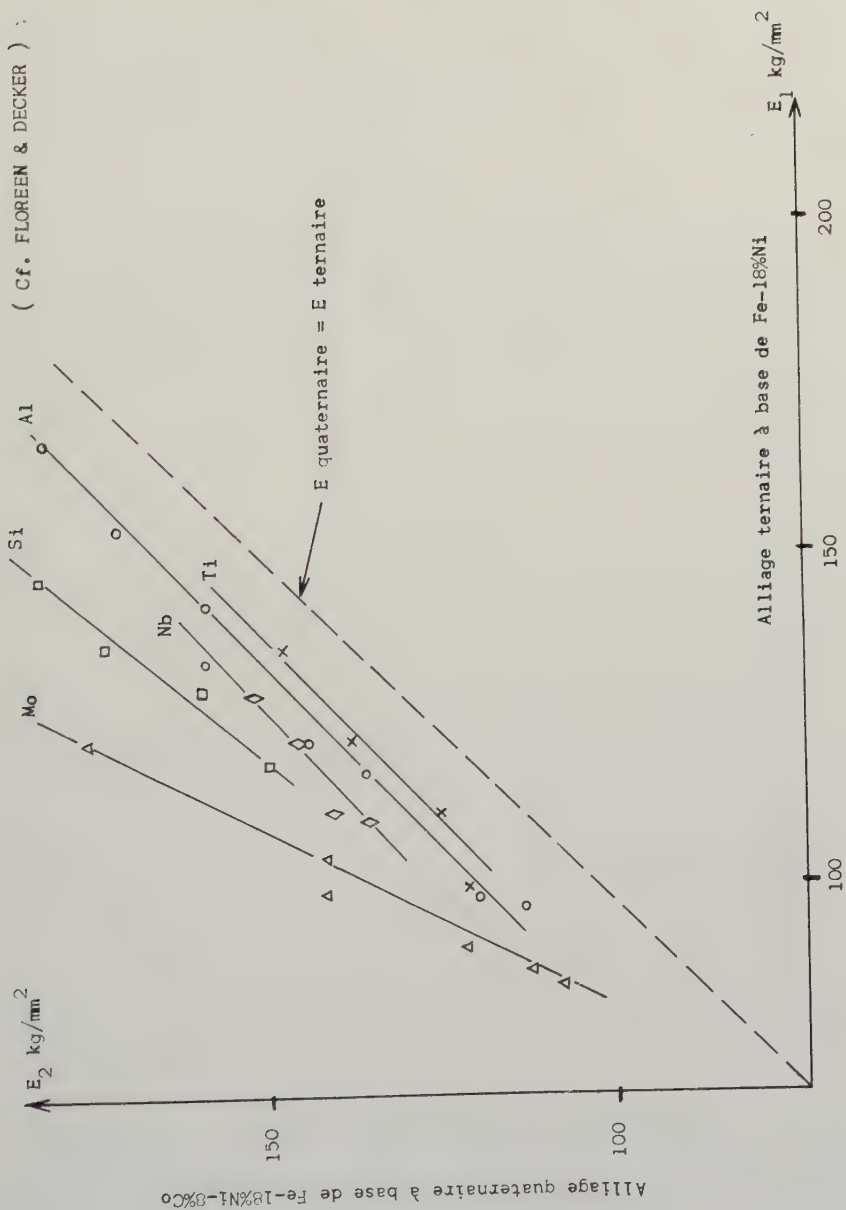


Figure 7. — Influence du cobalt sur la limite élastique.

ces éléments sur les propriétés optimales après revenu : on a porté en abscisse la limite élastique d'un alliage à 18 % de nickel avec un élément durcissant ; en ordonnée la limite élastique d'un deuxième alliage différant du premier seulement par la présence de 8 % de cobalt. Dans tous les cas, le cobalt améliore les caractéristiques, mais l'effet est le plus important s'il y a en plus du molybdène.

3°) *Influence de l'écrouissage avant revenu :*

On améliore encore les caractéristiques de l'acier par un écrouissage à froid avant le revenu. La figure N° 8 montre les courbes de dureté en fonction de la durée du maintien pour des pièces seulement trempées à 820° C et pour des pièces trempées et écrouies par laminage.

B. — MICROSTRUCTURE DE L'ACIER COMMERCIAL

1°) *Influence du temps de maintien - Etude du revenu à 480° C.*

Pour montrer l'évolution de la microstructure suivant la durée du revenu, nous avons choisi une température de 480° C.

a) *Micrographies :*

Pour une durée de revenu de quelques minutes, on observe un aspect qui paraît identique à celui obtenu après trempe ; il est possible qu'une évolution ait eu lieu à très petite échelle, au niveau des dislocations, sans que les modifications apportées dans le contraste des images soient discernables.

C'est seulement pour un temps de maintien prolongé que commence une évolution sensible. Au bout d'une heure (cliché N° 1, planche III), les dislocations semblent avoir des orientations préférentielles et leur contraste est modifié ; alors qu'habituellement elles ne sont visibles que dans certaines conditions d'incidence (8), elles deviennent ici toujours visibles. Entre les dislocations une très fine granulation apparaît. On peut penser qu'il y a germination en grande partie sur les défauts du réseau, mais aussi entre les dislocations.

Pour un traitement de 14 h (cliché N° 2, pl. III) qui correspond approximativement au maximum de dureté, on observe des précipités en lamelles qui semblent correspondre à la précipitation sur les dislocations précédemment décrite, et des précipités sphériques. Les précipités lamellaires ont quelques centaines d'angströms de longueur et moins de 100 Å de largeur : leur observation dans des zones d'orientations différentes montre qu'ils pourraient être allongés suivant une direction cristallographique [111]. La dimension moyenne des précipités sphériques est de l'ordre de 50 Å .

Enfin pour un traitement de 40 h (cliché N° 3, pl. III), on différencie difficilement les deux formes de précipités. En outre quelques lamelles d'austénite apparaissent localement (non visibles sur le cliché).

Les contours d'extinction montrent dans tous les cas que le réseau est très déformé autour des précipités ; mais comme ceux-ci sont très rapprochés les uns des autres, il n'est pas possible d'étudier le contraste en détail.

b) *Microdiffraction* :

La quantité des phases intermétalliques précipitées est trop faible pour permettre une étude par rayons X. En microdiffraction des électrons, sur lames minces, nous avons pu mettre en évidence de nombreuses taches supplémentaires dues aux précipités. Celles-ci sont très peu intenses et à peine visibles sur l'écran fluorescent du microscope, mais elles apparaissent bien sur les clichés si les temps de pose sont assez longs (2 à 3 mn). De plus, il faut utiliser de très petits diaphragmes de sélection, pour que le diagramme corresponde à une orientation précise du réseau de la matrice (voir chap. III).

Pour placer les points supplémentaires dans l'espace réciproque, nous avons essayé d'obtenir les diagrammes pour un grand nombre d'orientations cristallographiques différentes. Les clichés N° 1 et 2 de la planche IV représentent respectivement une coupe (110) du réseau réciproque et une coupe voisine de (100). Les taches supplémentaires sont en général allongées, et disposées de façon régulière et reproductible. Pour d'autres orientations, de nouvelles taches apparaissent souvent en très grand nombre : la représentation dans l'espace réciproque, de tous les effets observés en diffraction nous a paru extrêmement complexe et pratiquement irréalisable.

2°) *Influence de la température.*

a) *Températures inférieures à 480° C.*

Il y a durcissement structural à partir de températures qui sont probablement de l'ordre de 300 à 350° C ; mais il est évident que les temps nécessaires à la formation d'une quantité de précipités suffisante, sont alors très longs.

A 400° C, au bout de 1000 heures, des précipités extrêmement fins et serrés, de très faibles dimensions (20 à 40 Å), ont été observés avec difficulté.

A 420° C, au bout de 110 heures, (cliché N° 3, pl. IV), il apparaît aussi une précipitation très fine et dense. Les précipités sont allongés comme dans le cas du revenu à 480° C, mais ils sont extrêmement rapprochés les uns des autres.

Les diagrammes de diffraction sont semblables à ceux obtenus à 480° C : par exemple, le cliché N° 4 (pl. IV) représente une coupe

($\bar{1}\bar{3}1$) ; on retrouve suivant la direction $[112]$ (voir figure 15), les points situés à $1/3$ (112) et $2/3$ (112), qu'on voit aussi dans la coupe ($\bar{1}\bar{1}0$) (voir figure 13).

Pour des températures comprises entre 420 et 480° C, la dimension des précipités augmente et leur densité diminue ; on se rapproche progressivement de l'aspect obtenu à 480° C.

b) Températures supérieures à 480° C.

Lorsqu'on augmente la température de revenu, les temps de maintien isotherme doivent être réduits. On constate alors que l'aspect lamellaire tend à disparaître et que les précipités deviennent moins réguliers et plus massifs. La microdiffraction montre qu'à mesure que la température croît les précipités sont de moins en moins bien orientés par rapport à la matrice. De plus des lamelles d'austénite ne tardent pas à apparaître. (voir en C, cliché N° 4, pl. III).

3°) Conclusions.

Ces observations permettent de formuler quelques premières remarques :

a) Les précipités se présentent sous deux aspects ; lamellaire et sphérique ;

b) La germination a lieu en majeure partie sur les dislocations, mais aussi entre les dislocations ;

c) Les précipités sont d'autant plus fins que la température est plus faible ; dans ce cas la dureté obtenue est importante ;

d) Les précipités ont des relations d'orientation par rapport à la matrice.

Pour une interprétation plus complète de ces observations il nous a semblé intéressant d'étudier des alliages de composition différente de celle de l'acier commercial.

C. — MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES SIMPLIFIÉS.

Notre but était de faire une comparaison entre la morphologie des précipités dans divers alliages du type maraging, ne contenant pas les mêmes éléments durcissants. Speich (49) a fait une étude semblable d'alliages ternaires de fer à 20 % de nickel contenant du titane, du molybdène, de l'aluminium ou du cuivre.

Sur tous les alliages que nous avons observés un maintien de 30 minutes à 820° C, suivi d'une trempe à l'air donne une structure sem-

blable à celle de l'acier commercial avant revenu. Nous avons effectué les revenus à la température de 480° C.

1°) Alliages Fe - Ni et Fe - Ni - Co :

Sur les alliages N° 1 et N° 2 (voir, chapitre II) sans molybdène, ni titane, nous avons fait un revenu de 14 h à 480° C : aucune phase intermétallique ne précipite. Le cliché N° 1 planche V représente une micrographie sur l'alliage N° 1, Fe - Ni ; le cliché N° 2 représente l'alliage N° 2 : Fe - Ni - Co. On constate que les dislocations tendent à former des réseaux assez réguliers et que leur densité est nettement plus faible qu'après trempe. D'autres clichés montrent que de l'austénite stable à la température ambiante s'est formée, surtout sur les joints de grains et sur les sous-joints.

2°) Alliage ternaire Fe - Ni - Mo.

a) Micrographies.

Nous avons étudié des revenus de différentes durées à 480° C. Au bout de deux heures, nous avons observé (cliché N° 3, planche V) un début de précipitation, qui paraît localisée sur les dislocations : les précipités sont à peu près sphériques avec un diamètre voisin de 50 Å. Au bout de 14 heures (cliché N° 4, planche V) ils atteignent 200 à 300 Å de diamètre. De petites trainées semblent marquer sur les images l'emplacement des dislocations. On remarque très nettement que la précipitation est importante sur les joints et sous-joints (en D, cliché N° 4, planche V). La morphologie des précipités semble, ici, très différente de celle qui est observée dans l'acier « maraging ».

b) Microdiffraction.

En microdiffraction, des points supplémentaires apparaissent dans les diagrammes. Ils permettent de calculer des distances interréticulaires qui correspondent à 2 % près à celles de Ni₃ Mo (45). Leur position montre que l'orientation des précipités n'est pas complètement aléatoire.

3°) Alliage Fe - Ni - Co - Mo :

L'addition de 8 % de cobalt dans l'alliage précédent modifie l'aspect des micrographies. Après un revenu de 14 h à 480° C, on remarque (cliché 1, planche VII) que quelques précipités présentent l'aspect lamellaire signalé dans l'acier « maraging » commercial. En microdiffraction on ne retrouve pas les mêmes distances interréticulaires que dans le cas précédent.

4°) *Alliage Fe - Ni - Mo - Ti :*

Dans cet alliage un revenu de 14 h à 480° fait apparaître une microstructure se rapprochant davantage de celle de l'acier « maraging » (cliché N° 2, planche VII) ; les précipités sont très fins et de forme irrégulière.

5°) *Alliage Fe - Ni - Co - Ti.*

Cet alliage après revenu présente un aspect très caractéristique que nous décrirons en détail.

a) Micrographies :

Au bout de 3 heures de revenu à 480° C, les dislocations se présentent avec des orientations préférentielles et sont décorées par une ponctuation régulière et très fine (cliché N° 1, planche VI). Après un revenu de 14 heures on observe des précipités lamellaires très régulièrement orientés (cliché N° 2, planche VI) ; leur disposition est analogue à celle des précipités en rubans décrits pour l'acier « maraging » commercial. La germination semble avoir lieu uniquement sur les dislocations ; mais il est possible que pour des temps de revenu longs ou pour d'autres températures elle se produise aussi de façon homogène dans la matrice.

b) Microdiffraction :

Les diagrammes de microdiffraction ont les mêmes particularités que ceux obtenus avec l'acier « maraging » commercial ; les clichés N° 3 et N° 4 de la planche VI obtenus pour un traitement de 14 h à 480° C sont très semblables aux clichés N° 1 et 2 de la planche IV. Mais on constate surtout pour la coupe (001) que les points supplémentaires sont très allongés comme des lignes de diffusion.

D. — ESSAIS D'INTERPRÉTATION DES DIAGRAMMES.

1°) *Aspect cristallographique du problème : structures possibles des précipités :*

Le tableau I montre les caractéristiques des éléments d'alliages : le fer, le nickel, le cobalt font tous trois partie de la colonne VIII du tableau périodique et ont des rayons atomiques très voisins ; le titane a un rayon atomique beaucoup plus grand et se situe dans la colonne IV ; le molybdène a un rayon atomique moins important que le titane et se situe dans la colonne VI.

Elément	Numéro atomique	Rayon atomique	Colonne
Fe	26	1,27	VIII
Ni	28	1,25	VIII
Co	27	1,25	VIII
Mo	42	1,40	VI
Ti	22	1,47	IV

Tableau I

Nous avons dressé un tableau (tableau II) des phases intermétalliques susceptibles de se former : ce sont principalement des composés de type A_3B et des composés de type A_2B .

Type A_3B . Il est possible de définir de façon assez simple les structures des composés Ni_3Mo , Ni_3Ti , Co_3Mo : pour cela, il faut les considérer comme des empilements compacts ordonnés différemment.

- Ni_3Ti : la figure 9a représente l'arrangement des atomes dans une couche (001) ; la figure 9b montre l'empilement du type A B A C A B ...
- Ni_3Mo : l'empilement est du type... A B A B A B ... (figure 10b) et l'arrangement des atomes dans une couche (plan 010) est représenté par la figure 10a.
- Co_3Mo se présenterait avec un arrangement des atomes assez semblable à celui de Ni_3Ti .

On voit que le passage d'une structure à l'autre est relativement aisé, les feuilletts diffèrent uniquement par le mode de mise en ordre des atomes plus gros de Ti et de Mo ; l'empilement dans Ni_3Ti s'effectue avec une périodicité double de celle de Ni_3Mo .

Il est très facile de comparer ces structures à celle de l'austénite qui est une solution solide de substitution désordonnée : dans l'austénite, les couches compactes sont les plans (111) empilés suivant la périodicité ... A B C A B C A B C ... (figure 11).

Les relations probables d'épitaxie entre l'austénite et les composés de type A_3B sont assez facilement prévisibles :

$$\begin{array}{llll}
 (111) \gamma & // & (010) Ni_3Mo & // & (001) Ni_3Ti \\
 \text{avec} & & & & \\
 [\bar{1}10] \gamma & // & [100] Ni_3Mo & // & [100] Ni_3Ti
 \end{array}$$

La martensite peut être considérée comme une succession de plans (110) avec la séquence... $A^*B^*A^*B^*A^*B^* \dots$ (figure 12).

Lorsqu'on passe de l'austénite à la martensite (voir chapitre III) à un plan (111) de l'austénite correspond un plan (110) de la martensite. Le passage d'une structure à l'autre nécessite une importante déformation accompagnée de glissements.

On peut penser que le passage de la martensite à une phase de type A_3B sera aussi malaisé, car il nécessite une importante déformation.

Composés binaires	type	Structure et paramètres	Groupe d'espace	Relations d'orientation
Ni_3Ti (50)	A_3B	hexagonal $a = 5,10$ $c = 8,30$	D_{6h}^4 $P6_3/mmc$	$(110)\alpha // (001)Ni_3Ti$ $[111]\alpha // [100]Ni_3Ti$
Ni_3Mo (45)	A_3B	ortho-rhombique $a = 5,06$ $b = 4,22$ $c = 4,45$	D_{2h}^{13} $Pmmn$	$[111]\alpha // [100]Ni_3Mo$ $(110)\alpha // (010)Ni_3Mo$
Co_3Mo (7)	A_3B	hexagonal $a = 5,12$ $c = 4,11$	DO_{19} $P6_3/mmc$	
Fe_2Ti (7)	A_2B	hexagonal $a = 4,77$ $c = 7,74$	C_{14} $P6_3/mmc$	$(110)\alpha // (001)A_2B$ $(111)\alpha // (100)A_2B$ et
$(Fe,Ni)_2Ti$ (7)	»	»	»	
Fe_2Mo (7)	A_2B	hexagonal $a = 5,17$ $c = 8,50$	C_{14} $P6_3/mmc$	$(112)\alpha // (001)A_2B$ $(110)\alpha // (100)A_2B$
Co_2Ti (7)	A_2B	cubique $a = 6,69$	C_{15} Fd_{3m}	

Tableau II

Les relations d'orientation les plus probables sont :

$(110) \alpha // (001) Ni_3Ti$ avec $[111] \alpha // [100] Ni_3Ti$
 $(110) \alpha // (010) Ni_3Mo$ avec $[111] \alpha // [100] Ni_3Mo$

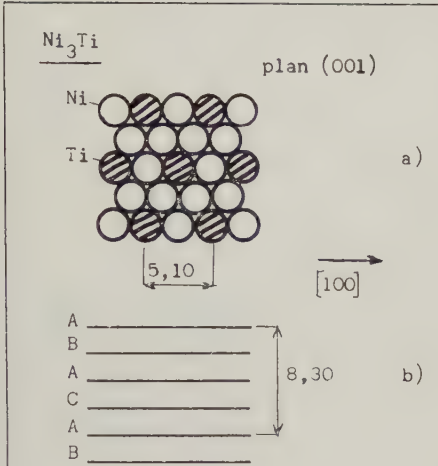


FIGURE 9

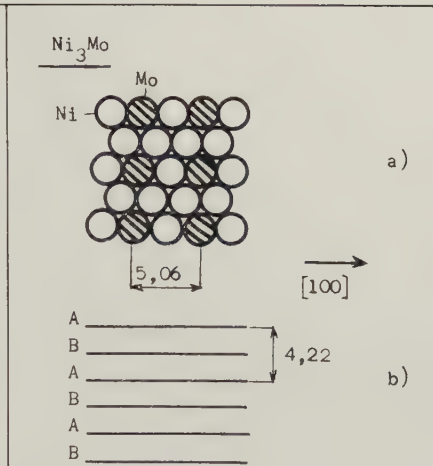


FIGURE 10

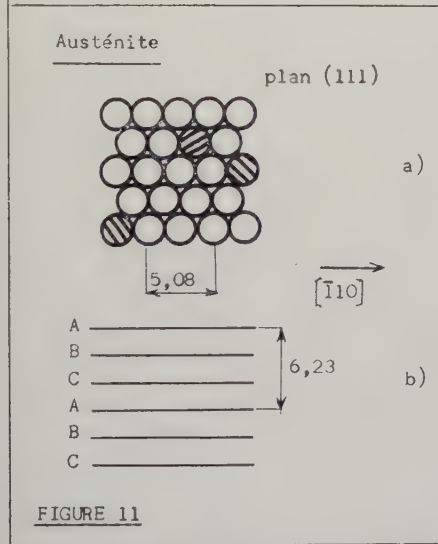


FIGURE 11

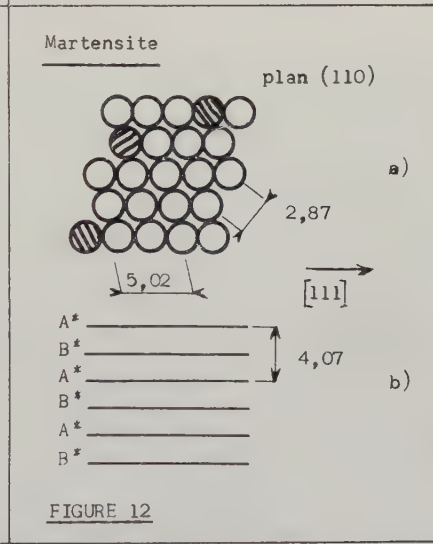


FIGURE 12

Etant donnée la similitude entre les structures des composés Ni₃Mo, Ni₃Ti et Co₃Mo, on peut penser que dans l'acier « maraging » commercial, il pourrait se former une phase mixte ou même non stoechiométrique du type A₃B : les atomes A étant du nickel ou du cobalt, les atomes B du titane ou du molybdène.

Type A₂B : Les composés Fe₂Ti, Fe₂Mo, (Fe, Ni)₂ Ti, Co₂Ti ne peuvent plus être décrits comme des empilements compacts. Pour tous ces composés l'arrangement des atomes est du même type ; leur struc-

ture est lacunaire et difficile à schématiser de façon simple. Selon Decker (19) leur formation est moins probable.

Fe_2Ti et $(\text{Fe}, \text{Ni})_2\text{Ti}$ ont été observés dans des alliages martensitiques à 20 % de Ni et une assez forte proportion de titane (49) et aussi dans des alliages Fe - 5 % Ti ; Fe - 5 % Ti - 10 % Ni (51). Les relations d'orientation seraient de deux types :

$$\begin{aligned} & (001) \text{ Fe}_2\text{Ti} // (110) \alpha \text{ avec } (100) \text{ Fe}_2\text{Ti} // (111) \alpha \\ \text{et} \\ & (001) \text{ Fe}_2\text{Ti} // (112) \alpha \text{ avec } (100) \text{ Fe}_2\text{Ti} // (110) \alpha \end{aligned}$$

La correspondance entre les deux structures est assez difficile à établir et le modèle d'épitaxie paraît moins évident que dans le cas des composés A_3B .

2°) *Interprétation des diagrammes.*

a) *Diffraction par de petits cristaux en épitaxie dans une matrice. Lignes de diffusion.*

Les précipités sont de dimensions très faibles et leur épaisseur peut ne représenter que quelques couches atomiques. Dans ce cas, la diffraction des électrons ne se produit pas comme si les précipités étaient massifs. Le réseau réciproque d'un cristal très mince se rapproche en effet de celui d'un réseau plan, qui est un réseau de droites.

Pour un précipité formé d'une seule couche atomique (zones de Guinier Preston), on observe des lignes de diffusion rejoignant certains nœuds du réseau (8). Un précipité formé de quelques couches donne dans le réseau réciproque non pas des points mais des petits segments allongés dans la direction de moindre épaisseur ; suivant la cohérence du précipité les lignes de diffusion s'écartent plus ou moins des nœuds de la matrice (2).

En général on a plusieurs positions des précipités répondant toutes à des relations d'épitaxie par rapport à la matrice. L'ensemble des réseaux réciproques imbriqués de la matrice et des précipités pourra être excessivement complexe : c'est certainement le cas pour l'acier maraging commercial. Dans le diagramme de diffraction qui est une coupe souvent assez imparfaite du réseau réciproque, on verra soit les lignes de diffusion, soit leur trace. Il est d'autre part probable que n'apparaîtront dans les diagrammes que les spots ou trainées de diffusion les plus intenses, dont la plupart, à cause de l'épitaxie, pourront être très voisins de ceux de la matrice.

b) *Essais d'interprétation des diagrammes de l'acier maraging et de l'alliage Fe - Ni - Co - Ti.*

La méthode habituelle la plus simple de dépouillement des diagrammes consiste à mesurer la distance de tous les points au spot central,

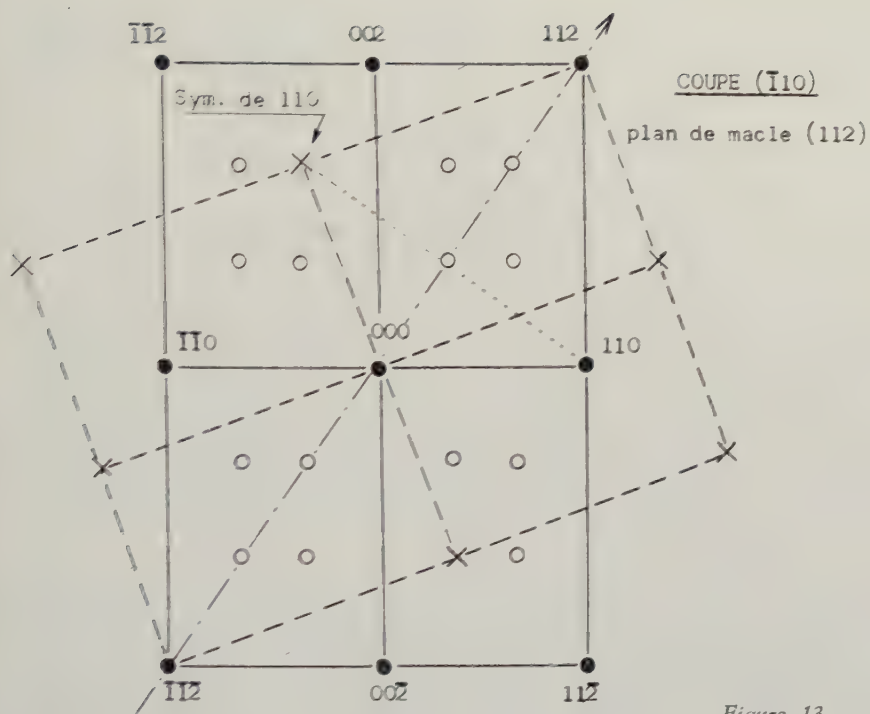


Figure 13

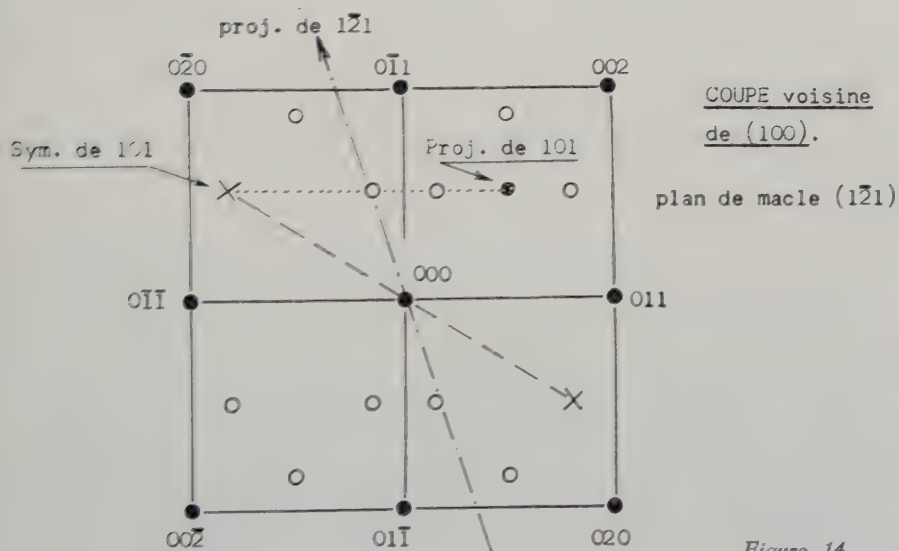


Figure 14

et d'en déduire les distances interréticulaires ; ensuite on essaye d'identifier ces distances à celles, calculées théoriquement, des diverses structures susceptibles d'être présentes ; cette méthode ne nous a donné aucun résultat, à cause :

- de la finesse des précipités (voir a)).
- de l'imprécision de la détermination des distances interréticulaires : au moins 2 % d'incertitude.
- du fait que les paramètres de phases mixtes ou non stoechiométriques ne sont pas connus.

Une autre méthode consiste à prévoir un modèle d'épitaxie et à en déduire les diagrammes, qui doivent être observés. Ceci ne nous a pas donné de résultats très nets jusqu'à présent, sinon que les spots qui apparaissent au voisinage de ceux de la matrice, peuvent être attribués aux phases de type A_3B : en effet nous avons vu que les structures de Ni_3Mo et Ni_3Ti peuvent être considérées comme une forme ordonnée et très déformée de la phase α_2 . Mais la plupart des points supplémentaires des diagrammes restent inexpliqués.

c) Possibilité d'interprétation.

Shimizu (46), dans une étude par microscopie électronique d'un alliage à 30 % de nickel, montre l'existence dans la martensite de micromacles de quelques dizaines d'Å d'épaisseur. Les plans de maclage sont des plans (112) ; donc : dans un diagramme de diffraction, qui est une coupe de l'espace réciproque on doit observer un réseau de points supplémentaires obtenu en faisant une symétrie du réseau réciproque de la matrice par rapport à l'axe [112].

La plupart des points que nous obtenons dans les diagrammes de l'acier « maraging » et de l'alliage Fe-Ni-Co-Ti peuvent s'expliquer de façon analogue.

1. — *Coupe ($\bar{1}10$)* : (Cliché N° 3, planche VI). Sur la figure 13, les points marqués par une croix se déduisent du réseau de la matrice par une symétrie par rapport à l'axe [112]. Les autres points peuvent être obtenus par une symétrie autour de $[\bar{1}12]$ ou par double diffraction.

2. — *Coupe voisine de (100)*. (Cliché N° 4, planche VI). L'axe $[\bar{1}21]$ n'est pas dans le plan du diagramme. Sur la figure 14, le point supplémentaire marqué d'une croix, légèrement en dehors du plan (100), serait le symétrique du point (101) par rapport à l'axe $[\bar{1}21]$.

Les autres points peuvent être expliqués par un raisonnement analogue ou par double diffraction.

Pour d'autres coupes, on peut expliquer la présence des points supplémentaires par la même méthode (voir figure 15 par exemple).

Autour des spots de la matrice, on remarque aussi des nœuds satellites : ceux-ci, nous l'avons vu, peuvent provenir des différences de paramètre et d'orientation des précipités par rapport à la matrice.

Si on leur fait subir aussi les symétries dues au maillage, on retrouve bien les points supplémentaires existants (voir surtout cliché N° 1, pl. IV) sur les diagrammes.

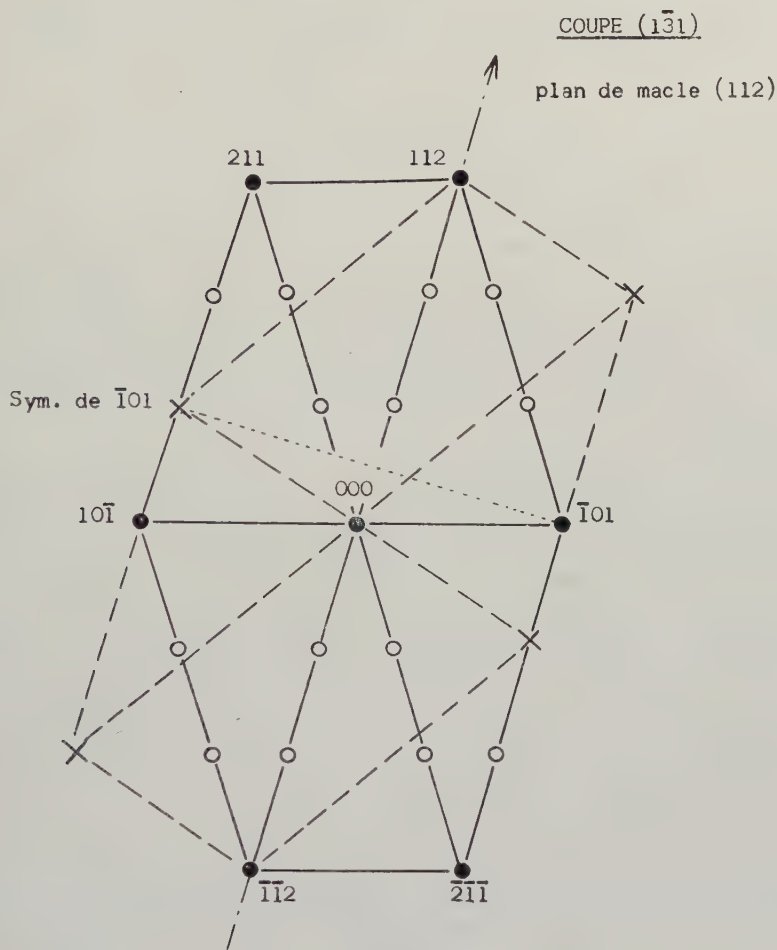


Figure 15

L'allongement des spots dû à la faible dimension des précipités, se produit souvent dans la direction $[112]$. Shimizu (46) a observé ce même phénomène, qu'il a attribué à la faible épaisseur des micro-macles (voir a)).

En résumé, on peut interpréter les diagrammes en supposant que l'arrangement des atomes dans les précipités est comparable à celui qu'on aurait en présence d'un micro-maclage ; en outre, il y aurait

des différences relativement importantes entre les distances inter-atomiques dans les précipités et dans la matrice.

Cette interprétation des diagrammes de microdiffraction ne se rattache pas de façon simple à un mécanisme connu de précipitation ; il nous a paru cependant intéressant de la signaler comme possible.

E. — CONCLUSION

Le durcissement structural de l'acier « maraging » commercial à 18 % de nickel est dû à la précipitation au cours du revenu de phases intermétalliques à base de titane et de molybdène. Nos observations ne permettent pas d'expliquer le durcissement important, qui se produit dans les premiers instants de revenu (1 ou 2 mn), car la microstructure ne paraît pas avoir évolué. Pour une durée plus grande (30 mn) les dislocations se réarrangent et apparaissent avec des orientations préférentielles. La germination se produit en grande partie sur les défauts, mais aussi de façon homogène dans la matrice. Tandis que des précipités lamellaires se forment sur les dislocations, entre les dislocations des précipités sphériques apparaissent ; leur structure la plus probable est une structure compacte identique à celle des composés de type A_3B ; l'élément A étant constitué par du nickel ou du cobalt, l'élément B par du titane et du molybdène. Le début de la précipitation est au moins en partie cohérent ; les précipités sont régulièrement orientés par rapport au réseau de la matrice. L'étude d'alliages simplifiés montre que le titane favorise la cohérence des précipités, le cobalt pourrait aussi jouer un rôle analogue (alliage Fe-Ni-Mo et alliage Fe-Ni-Co-Mo) ; mais il nous a été impossible de faire une distinction entre les compositions des deux formes de précipités de l'acier « maraging ».

Nous avons tenté d'interpréter les diagrammes de diffraction obtenus avec l'acier commercial et l'alliage Fe-Ni-Co-Ti. La seule explication que nous avons trouvée suppose que les atomes au niveau des précipités s'arrangent comme s'il y avait un micro-maclage.

Remarque : Selon Wasilewski (52), le plan des fautes d'empilement dans un système cubique centré est souvent parallèle au plan (112), surtout en présence d'impuretés, une faute d'empilement étant équivalente à une macule formée d'une seule couche d'atomes. Ceci peut suggérer un mécanisme de précipitation, à rapprocher de l'interprétation que nous avons donnée des diagrammes ; il y aurait dissociation des dislocations et formation de fautes d'empilement servant de germes à la croissance des précipités lamellaires.

V. — ETUDE DE LA FORMATION D'AUSTENITE AU COURS DU REVENU.

Pour des temps de revenu trop longs ou pour des températures trop élevées, les caractéristiques mécaniques de l'acier « maraging » commercial décroissent à cause de la formation d'une phase austénitique stable à la température ambiante.

A. — CAS DE L'ALLIAGE BINAIRE DE FER A 18 % DE NICKEL.

Nous avons vu (chapitre III) que d'après le diagramme d'équilibre fer-nickel, la phase métastable α_2 pouvait, au cours du revenu, se décomposer en donnant de l'austénite plus riche en nickel donc stable à la température ambiante, et de la ferrite.

Le cliché N° 3, planche VII, montre la structure vue au microscope optique d'un alliage de fer à 18 % de nickel revenu pendant deux heures à 545° C. Le cliché N° 4, planche VII, est une micrographie électronique sur une lame mince provenant du même échantillon : on voit que l'austénite se forme en plaquettes parallèles au plan (110) de la martensite. Entre les plaquettes d'austénite on ne distingue que la structure de la martensite. On peut dire qu'il y a eu « précipitation d'austénite ». Les défauts, ici les joints de grains et les sous-joints, servent d'amorce à la précipitation.

B. — CAS DE L'ACIER « MARAGING » COMMERCIAL A 18 % DE NICKEL.

Nous avons vu qu'au cours du revenu normal de durcissement structural seules les phases intermétalliques précipitent ; mais un léger survieillissement fait apparaître de l'austénite (cliché N° 4, planche III). Pour des températures de revenu élevées : 540° C à 650° C,

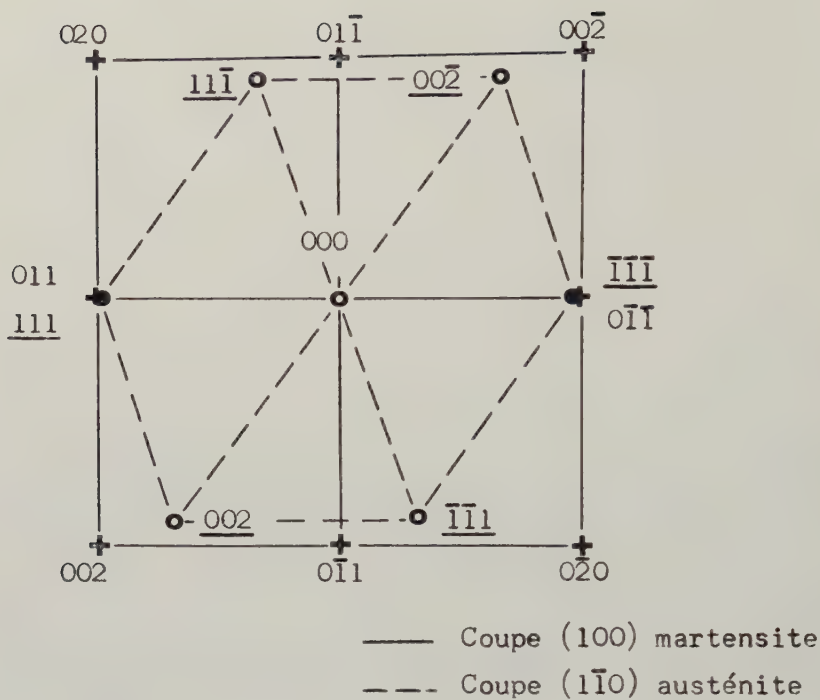


Figure 16

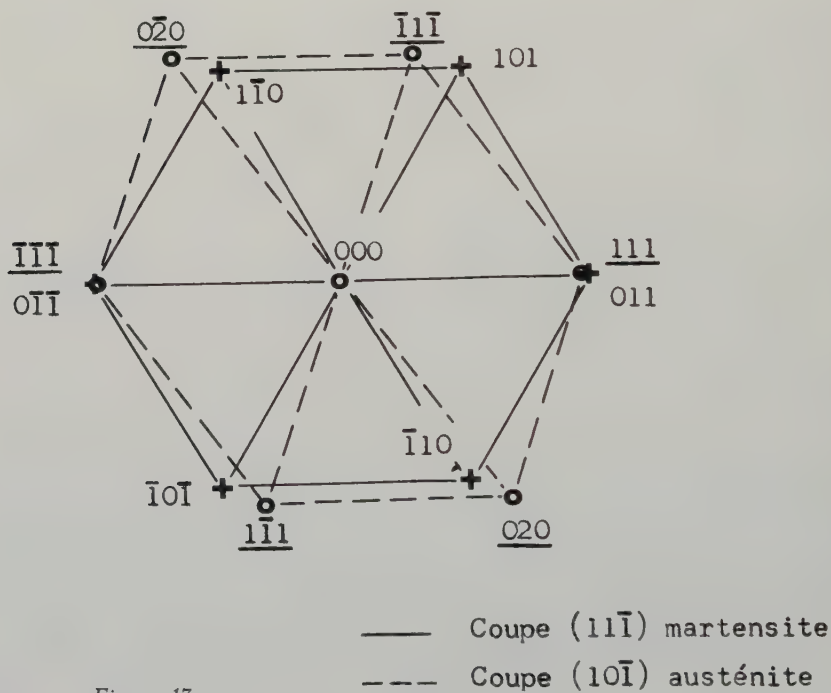


Figure 17

la précipitation des phases intermétalliques et celle de l'austénite sont presque simultanées. Comme dans l'alliage fer-nickel, les joints de grains et les sous-joints sont les premières amorces de la croissance de l'austénite.

Le cliché n° 1 planche VIII est une micrographie électronique faite sur un échantillon revenu 2 heures à 600° C. On observe une succession de plaquettes d'austénite et de plaquettes de martensite. Leur plan de base est le plan (110) de la martensite. S'il y a encore beaucoup de précipités dans la martensite, il y en a très peu dans l'austénite, ce qui suppose une redissolution des phases intermétalliques dans l'austénite. Très souvent on distingue à la limite des deux phases un réseau très fin de dislocations.

Le cliché n° 2 planche VIII montre un aspect assez particulier des précipités d'austénite : ceux-ci ont parfois une forme très caractéristique en « fer de lance » ; une macle séparant en deux parties symétriques les plaquettes d'austénite, leur donnerait cet aspect. Il est possible aussi que les précipités de phases intermétalliques servent de germes à la croissance de l'austénite.

La microdiffraction des électrons permet d'étudier les relations d'orientation entre martensite et austénite : les clichés 3 et 4 de la planche VIII montrent des diagrammes réalisés en sélectionnant, sur la lame mince, une zone en partie martensitique et en partie austénitique. Nous avons indexé (figures n° 16 et 17) ces diagrammes formés essentiellement de deux réseaux de points superposés, dus à l'austénite d'une part et à la martensite d'autre part.

On remarque très nettement que :

$$(111) \gamma // (011) \alpha_2$$

et que les plans de coupe déterminés pour chaque phase d'après le diagramme de diffraction sont approximativement parallèles.

On aurait ainsi :

$$\begin{array}{l} (1\bar{1}0) \gamma \text{ voisin de } (100) \alpha_2 \text{ (figure n° 16)} \\ \text{et} \\ (10\bar{1}) \gamma \text{ voisin de } (11\bar{1}) \alpha_2 \text{ (figure n° 17)} \end{array}$$

Ces plans peuvent en réalité faire entre eux des angles de quelques degrés à cause du relâchement des conditions de Bragg dans la direction du faisceau incident. Les relations citées précédemment se rapprochent alors de celles consécutives à la transformation martensitique (voir chapitre III et figure n° 5) qui peuvent s'écrire sous la forme équivalente :

$$\begin{array}{ccc} (111) \gamma & // & (011) \alpha_2 \\ \text{avec} & & \\ (110) \gamma & // & (100) \alpha_2 \end{array}$$

Le processus de formation de cette austénite « de diffusion » n'est certainement pas comparable à celui de la formation de l'austénite « de

réversion » obtenue par un chauffage rapide jusqu'à plus haute température. Comme dans le cas de l'alliage binaire fer-nickel, c'est sans doute parce qu'elle est enrichie en nickel que l'austénite qui précipite est stable à l'ambiante, mais il est probable que les autres éléments, en particulier le cobalt et le molybdène, jouent un rôle important très difficile à prévoir.

VI. — CONCLUSION

Nous avons abordé dans cette étude de nombreux problèmes concernant la transformation martensitique, les défauts dans la martensite et leur évolution au début du revenu, la germination des précipités et leur croissance, le rôle de chaque élément durcissant, la précipitation d'austénite etc... Ces problèmes se posent aussi dans tous les aciers martensitiques à durcissement structural ; chacun d'eux nécessiterait un travail de recherche particulier, mais il faudrait utiliser des alliages simples, convenablement choisis, et qui n'auraient sans doute pas d'applications industrielles. Notre but était de préciser par une étude au microscope électronique, le mécanisme du durcissement structural d'un acier « maraging » commercial à 18 % de nickel ; ses propriétés mécaniques et physiques étaient étudiées par ailleurs.

Nous avons surtout montré le rôle des défauts, formés au cours de la transformation martensitique, dans le début de la précipitation, et nous avons décrit, avec le plus de détails possibles, la morphologie et la structure des précipités en fonction de la composition et des traitements thermiques.

Les aciers à très haute résistance étant d'un grand intérêt dans les techniques nouvelles telles que l'aéronautique, l'astronautique etc..., beaucoup de centres de recherche les ont étudiés au cours de ces dernières années, avec d'importants moyens d'investigation. Au fur et à mesure de l'avancement de nos travaux, il était donc indispensable de tenir compte des très nombreux résultats publiés dans les revues spécialisées. Dans ce travail, nous avons voulu, d'une part illustrer par des observations personnelles des idées admises et d'autre part apporter quelques éléments nouveaux, qui nous l'espérons, pourront contribuer à une meilleure compréhension des phénomènes à la base des propriétés remarquables de ces aciers.

BIBLIOGRAPHIE

OUVRAGES GÉNÉRAUX

1. C.S. BARRETT, 1957. Structure des métaux ; Dunod.
2. A. GUINIER, 1964. Théorie et technique de la radiocristallographie (3^e édition) ; Dunod.
3. M. HANSEN, 1958. Constitution of binary alloys Mc Graw Hill Book Co., New-York.
4. A. KELLY, R.B. NICHOLSON, 1963. Précipitation Hardening ; Progress in materials Science ; Chalmers, vol. 10, n° 3.
5. M.G. LOZINSKI, 1961. High temperature metallography ; Pergamon Press.
6. C. MAGNAN, 1961. Traité de Microscopie électronique ; Hermann.
7. W.B. PEARSON, 1958. A Handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys ; Pergamon Press.
8. G. THOMAS, 1962. Transmission Electron Microscopy of metals ; John Wiley and Sons.
9. G. THOMAS, J. WASHBURN, 1963. Electron microscopy and strength of crystals ; Interscience publishers.
10. C.M. WAYMAN, 1964. Introduction to the crystallography of martensitic transformation-Macmillan series in materials Science..

PÉRIODIQUES

11. N.P. ALLEN, C.C. EARLEY, déc. 1950. The transformations $\alpha \rightarrow \gamma$ and $\gamma \rightarrow \alpha$ in iron-rich binary iron-nickel alloys ; Journal of the Iron and Steel Institute, p. 281-288.
12. B.R. BANERJEE, 1963. Notes on Electron Microscopy and phase identification relative to the 18 Ni maraging steel ; Report on the third maraging steel project review ; Battelle Memorial Institute.
13. B.A. BILEY, J.W. CHRISTIAN, 1955. Martensitic transformations ; Inst. metals monograph and report series, n° 18, p. 121-172.
14. J.C. BOFFOS, E.R. PARKER, déc. 1953. The mechanism of the martensite burst transformation in Fe-Ni single crystals ; Acta mét. vol. 11, p. 1291-1301.
15. R. BORRELLY, E. PERNOUX, mars 1965. Le durcissement structural des aciers "maraging" à 18 % de nickel ; Colloque annuel de la S.F.M.E., Marseille.
16. D. COUTSOURADIS, 1961. Action du cobalt dans les aciers à durcissement structural ; Mémoires scientifiques rev. métallurg. n° 7, p. 503-509.

17. R.F. DECKER, janv. 1963. Maraging steels: structure, property relationship. Proceedings of the conference held at the National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex, vol. II, p. 647-671.
18. R.F. DECKER, J.T. EASH, A.J. GOLDMAN, 1962, 18 % nickel maraging steel; Transactions of the ASM, vol. 55 p., 58-76.
19. R.F. DECKER, S. FLOREEN, oct. 1963. Precipitation from substitutional iron, base austenitic and martensitic solid solutions; Annual Aime Fall Meeting, Cleveland, Ohio.
20. S. FLOREEN, juin 1964. Deformation characteristics of an iron-18 Pct nickel binary alloys. Trans. of the met. soc. of Aime, vol. 230, p. 842-849.
21. S. FLOREEN, R.F. DECKER, 1963. Heat treatment of 18 % Ni Maraging Steel; Transactions of the ASM. vol. 55, p. 518-530.
22. S. FLOREEN, R. F. DECKER, 1963. Maraging steel for 1000 F Service; Transactions of the ASM., vol. 56, p. 403-411.
23. L. HABRAKEN, mai 1963. Les aciers de construction à très haute résistance; Revue de métallurgie, p. 439-456.
24. L. HABRAKEN, D. COUTSOURADIS, mars 1965. Essai de synthèse sur le rôle du cobalt dans les alliages à haute résistance; Cobalt, n° 26, p. 10-24.
25. C.M. HAMMOND, déc. 1964. Mise au point d'aciers inoxydables du type « maraging » contenant du cobalt; Extrait de Cobalt, n° 25.
26. Y. HONNORAT, G. HENRY, G. MURRY, J. MANENC, fév. 1965. Transformation martensitique des alliages Fe-Ni-Ti; C.R. Acad. Sc., Paris, tome 260, n° 8, p. 2214-2216.
27. E. HORNBOKEN, fév. 1961. Clustering in an alpha iron, molybdenum solid solution; J. of applied physics, vol. 32, n° 2, p. 135-139.
28. E. HORNBOKEN, mai 1962. The role of strain energy during precipitation of copper and gold from alpha iron; Acta met., vol. 10, p. 525-533.
29. E. HORNBOKEN, déc. 1962. Guinier. Preston zones in b.c.c., iron; Acta met., vol. 10, p. 1187-1189.
30. M.A. JAWSON, 1955. The nucleation problem in martensite; Inst. metals monograph and report series.
31. F.W. JONES, W.I. PUMPHREY, oct. 1949. Free energy and metastable states in the iron-nickel and iron-manganese systems; J. of the iron and steels institute, p. 121-131.
32. A.S. KEH, 1962. Dislocation arrangement in alpha iron during deformation and recovery. Direct observation of imperfections in crystals; Newkirk and Wernick éd., p. 213-233.
33. J.A. KLOSTERMANN, W.G. BURGERS, avril 1964. Surface martensite in iron-nickel; Acta met., vol. 12, p. 355-366.
34. G. KRAUSS, juin 1963, fine structure of austenite produced by the reverse martensitic transformation; Acta met., vol. 11, p. 499-509.
35. G. KRAUSS, I. and M. COHEN, déc. 1962. Strengthening and annealing of austenite formed by the reverse martensitic transformation; Trans. of the met. soc. of Aime, vol. 224, p. 1212-1221.
36. G.V. KURDJUMOV, mai 1960. Phenomema occuring in the quenching and tempering of steels; J. of the iron ant steel Institute, p. 26-48.
37. P. LEGENDRE et X. WACHE, 1964. Recherches expérimentales sur la formation d'austénite dans les aciers riches en nickel; Mémoires Scientifiques rev. métallurgie, N° 1, p. 33-42.
38. W.S. OWEN, 1964. High-strength iron alloys; Proc. Roy. Soc. A, vol. 282, p. 79-91.
39. G.E. PELLISSIER, 1963. Some microstructural aspects of maraging steel in relation to strength and toughness; Report on the third maraging steel project review; Battelle Memorial Institute.

40. D.T. PETERS, C.R. CUPP, mars 1965. The kinetics of maraging ; Paper presented at the Fall Meeting of the met. soc. of Aime (résumé) Cobalt, N° 26, p. 52.
41. J. PITAUD, juin 1963. Quelques progrès effectués au cours de ces dernières années dans la métallurgie des aciers au nickel ; Revue de métallurgie, p. 545-556.
42. R.K. PITLER and G.S. ANSELL, mars 1964. Précipitation in a high-nickel Maraging steel ; ASM, trans. Quartely, vol. 57, N° 1, p. 220-246.
43. B.G. REISDORF, 1963. Identification of precipitates in 18, 20, and 25 % nickel maraging steels. Transactions of the ASM, vol. 56, p. 783-786.
44. T.L. RICHARDS, W.T. ROBERTS, 1965. Crystal geometry of the austenite-martensite transformation, Inst. metal monograph and report series, p. 193-207.
45. S. SAITO, P. A. BECK, Déc. 1959, The crystal structure of Mo Ni₃ ; Trans. of the met. soc. of Aime, vol. 215, p. 938-941.
46. K. SHIMIZU, mars 1962. Direct observation of sub-structures of the martensite in Fe-Ni alloy by means of electron microscopy ; J. of the physical society of Japan, vol. 17, N° 3, p. 508-519.
47. SOCIÉTÉ D'ÉLECTROCHIMIE ET D'ÉLECTROMÉTALLURGIE DES ACIÉRIES D'UGINE, sept. 1962 ; Alliage NKP1 à durcissement structural.
48. G.R. SPEICH, juin 1963. Cellular precipitation in an austenitic ; Fe-30 Ni, 6 Ti alloy ; Trans. of the met. soc. of Aime, vol. 227, p. 754-762.
49. G.R. SPEICH, déc. 1963. Age-Hardening of Fe, 20 Pct Ni Martensites ; Trans. of the met. soc. of Aime, vol. 227, p. 1426-1432.
50. A. TAYLOR, R.W. FLOYD, 1950. Précision measurements of lattice parameters of non-cubic crystals ; Acta Cryt., 3, p. 285-289.
51. C. WACHE, J.P. HENON, J. MANENC, mars 1965. Etude de la précipitation dans les alliages ferritiques durcis par le titane ; Colloque annuel de la S.F.M.E. Marseille.
52. R.J. WASILEWSKY, 1965. Stacking faults in b.c.c. lattice ; Acta metallurgica, vol. 13, p. 40-41.
53. P. G. WINCHELL, M. COHEN, 1962. The strength of martensite ; Transactions of the ASM, vol. 55, p. 347-361.
54. R.B. G. YEO, mars 1964. Growth of martensite in an iron, 28,8 % nickel alloy ; Transactions of the ASM, vol. 57, N° 1, p. 48-61.

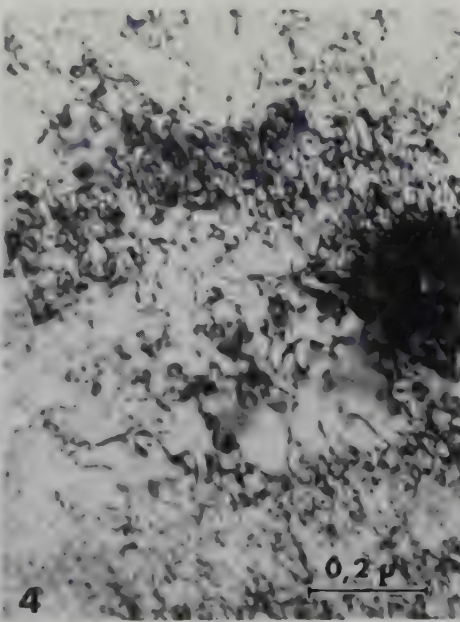
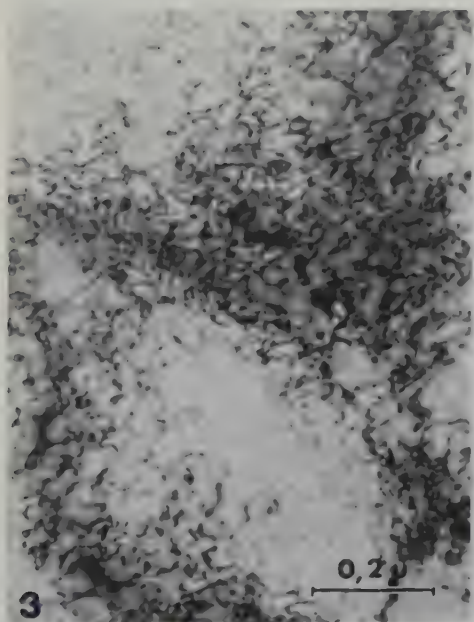
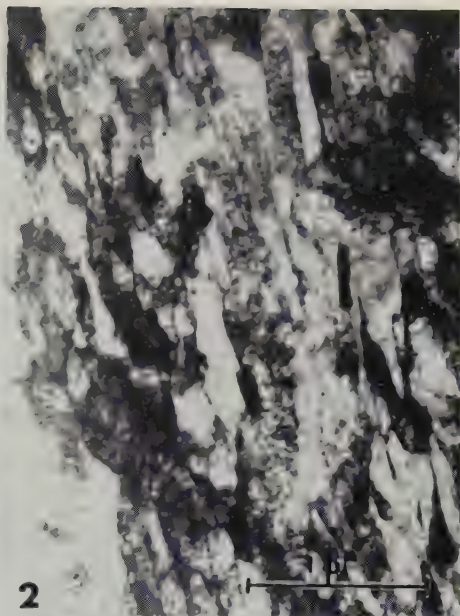
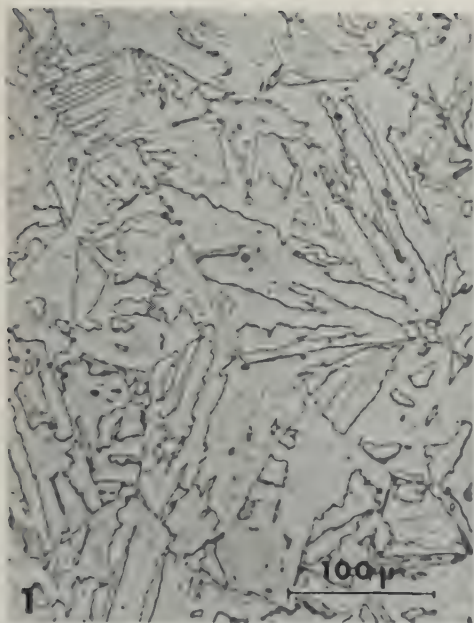
PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES

Planche I : Microstructure avant revenu

Cliché N° 1 : Micrographie optique sur l'acier « maraging » à 18 % de nickel — 1150° 2 h., trempé à l'air — Attaque anodique : solution de 10 % de ClH dans l'alcool éthylique ; tension d'environ 7 volts.

Clichés N°s 2 et 3 : Micrographies électroniques de l'acier « maraging » à 18 % de nickel — 820° 12 mn., trempé à l'air.

Cliché N° 4 : Micrographie électronique de l'alliage Fe — 18,5 % Ni — 820° 30 mn., trempé à l'air.



*Planche II : Etude par microscopie optique à chaud de l'acier
« maraging » à 18 % de nickel*

Cliché N° 1 : Relief formé au cours d'un chauffage rapide jusqu'à 820°C.

*Cliché N° 2 : Même échantillon que pour le cliché N° 1, après maintien de 7 mn.
à 820°C et refroidissement.*

Cliché N° 3 : Attaque thermique au cours d'un maintien à 900°C.

*Cliché N° 4 . Même échantillon que pour le cliché N° 3, après maintien de 1 h.
à 900°C et refroidissement.*

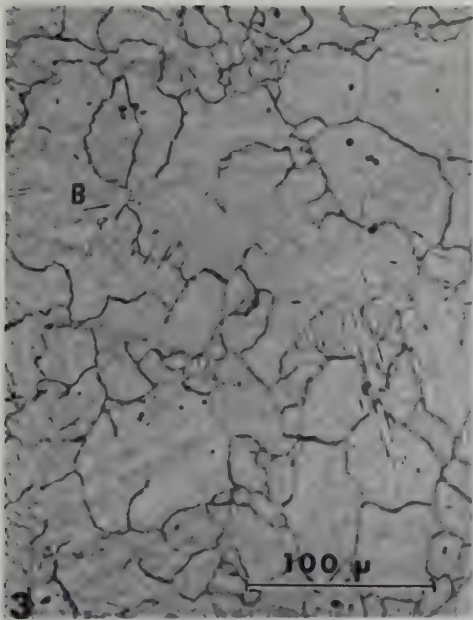


Planche III : Précipitation dans l'acier « maraging » à 18 % de nickel

Cliché N° 1 : Revenu de 1 h. à 480°C.

Cliché N° 2 : Revenu de 14 h. à 480°C.

Cliché N° 3 : Revenu de 40 h. à 480°C.

Cliché N° 4 : Revenu de 2 h. à 540°C.

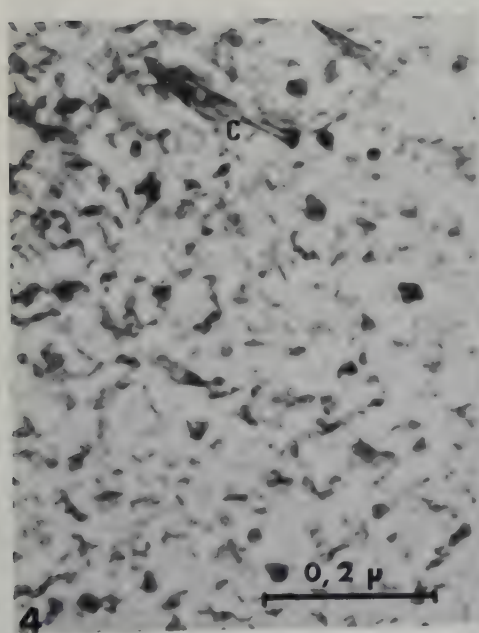
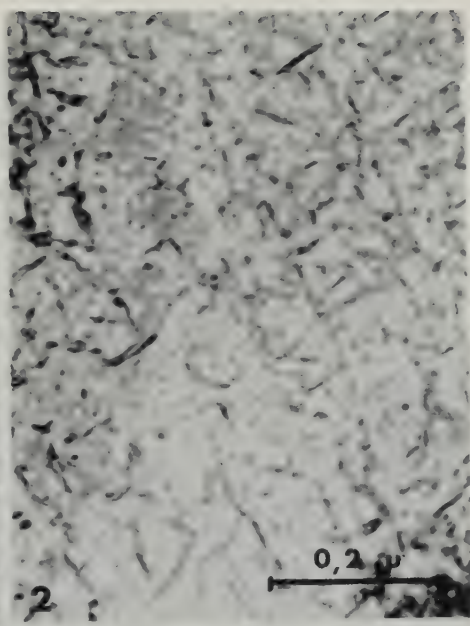
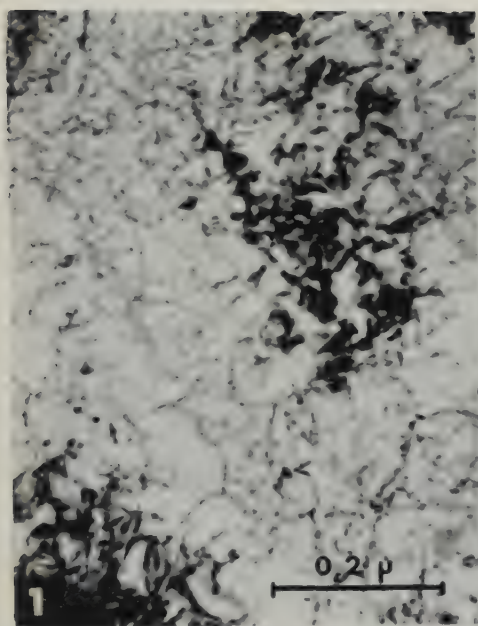


Planche IV : Précipitation dans l'acier « maraging » à 18 % de nickel

Cliché N° 1 : Revenu de 14 h. à 480°C — Coupe ($\bar{1}10$).

Cliché N° 2 : Revenu de 14 h. à 480°C — Coupe voisine de (100).

Cliché N° 3 : Revenu de 110 h. à 420°C.

Cliché N° 4 : Revenu de 110 h. à 420°C — Coupe (131).

(Diagrammes de diffraction : voir figures N°s 13, 14 et 15.

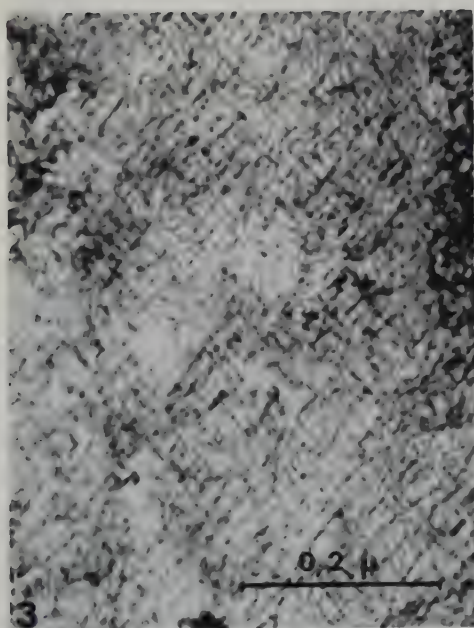


Planche V : Revenu sur les alliages simplifiés du type « maraging »

Cliché N° 1 : Alliage Fe — Ni — Revenu de 14 h. à 480°C.

Cliché N° 2 : Alliage Fe — Ni — Co — Revenu de 14 h. à 480°C.

Cliché N° 3 : Alliage Fe — Ni — Mo — Revenu de 2 h. à 480°C.

Cliché N° 4 : Alliage Fe — Ni — Mo — Revenu de 14 h. à 480°C.

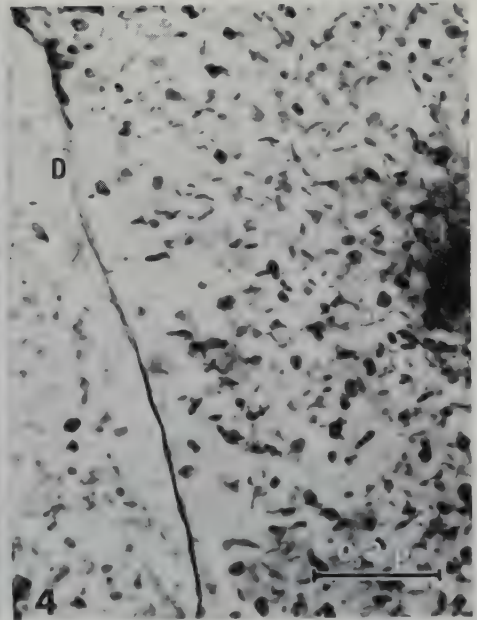
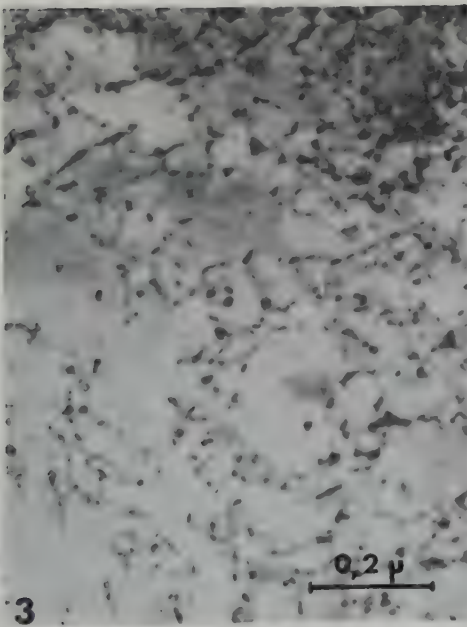
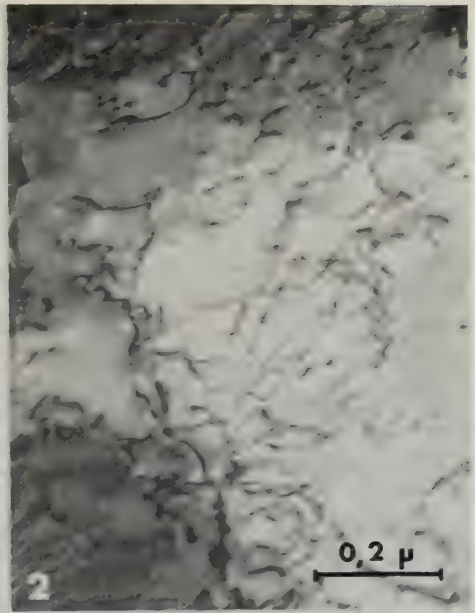
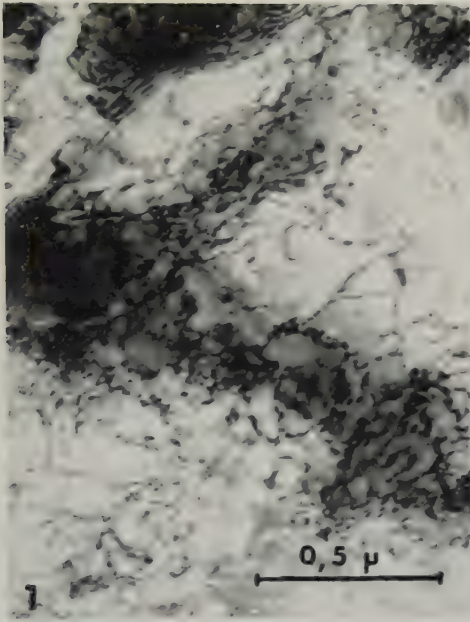


Planche VI : Précipitation dans l'alliage Fe — Ni — Co — Ti

Cliché N° 1 : Revenu de 3 h. à 480°C.

Cliché N° 2 : Revenu de 14 h. à 480°C.

Cliché N° 3 : Revenu de 14 h. à 480°C — Coupe ($\bar{1}10$).

Cliché N° 4 : Revenu de 14 h. à 480°C — Coupe voisine de (100).

(Diagramme de diffraction : voir figures N^{os} 13 et 14).



Planche VII :

Cliché N° 1 : Alliage Fe — Ni — Co — Mo — Revenu de 14 h. à 480°C.

Cliché N° 2 : Alliage Fe — Ni — Mo — Ti — Revenu de 14 h. à 480°C.

Clichés N°s 3 et 4 : Micrographies optique et électronique de l'alliage Fe — Ni —
Revenu de 2 h. à 545°C.

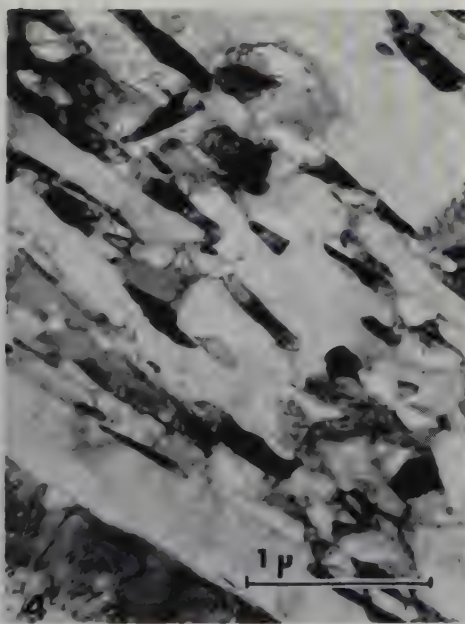
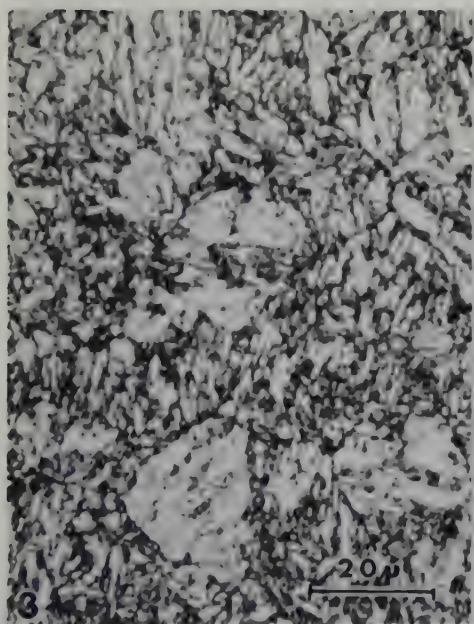
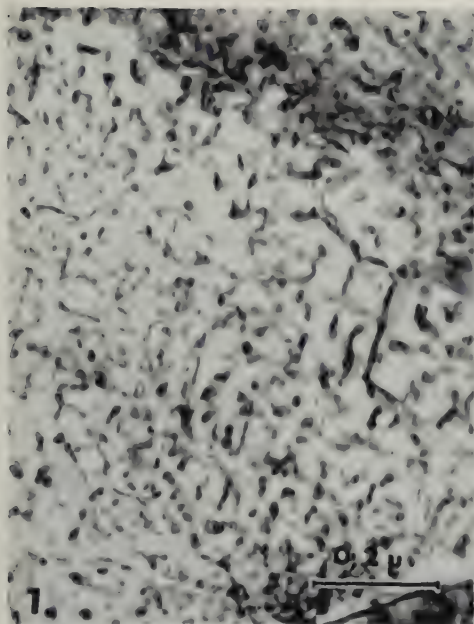
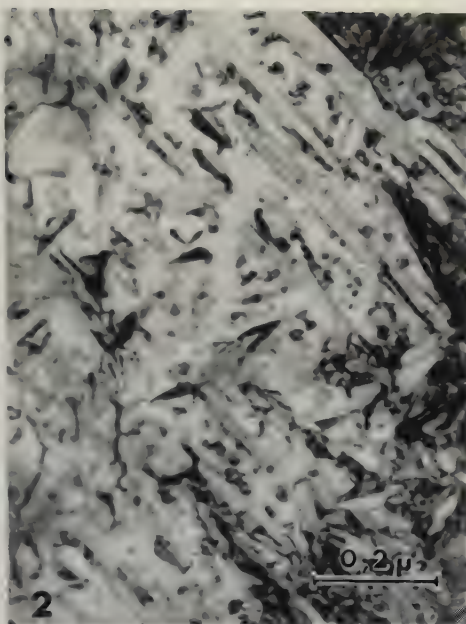
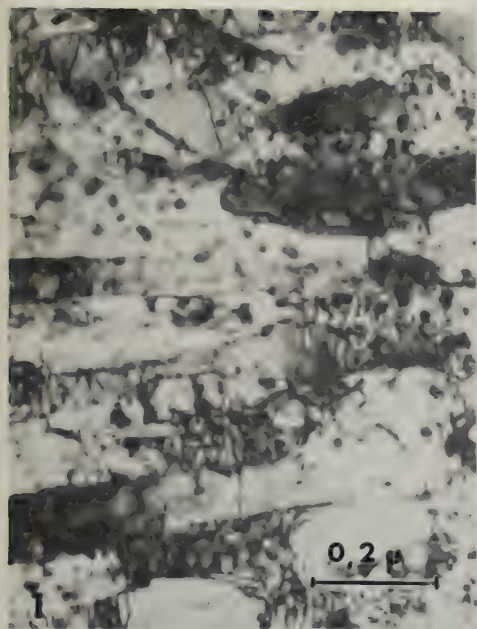


Planche VIII : Précipitation d'austénite dans l'acier « maraging »
à 18 % de nickel, après revenu de 2 h. à 600°C

Clichés N^{os} 1 et 2 : Micrographies électroniques

Clichés N^{os} 3 et 4 : Diagrammes de diffraction (voir figures N^{os} 16 et 17).



DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

ETUDE DES CONTRASTES OBSERVES DANS LES IMAGES ELECTRONIQUES DES LAMES CRISTALLINES MINCES

Vu :

Les membres du Jury : .

MM. R. BERNARD
P. MICHEL
E. PERNOLUX
P. GOBIN

Vu ET APPROUVÉ :

Le Doyen de la Faculté des Sciences

Jean BRACONNIER

Vu ET ACCORDÉ LE PERMIS D'IMPRIMER :

Lyon, le 2 juin 1965

*Le Recteur,
Président du Conseil de l'Université*

P. LOUIS

imp. AUDIN — LYON

